

**Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava**  
**Fakulta elektrotechniky a informatiky**  
**Katedra telekomunikační techniky**

**Měření vlastností nanokompozitů**  
**Measurement Properties of Nanocomposites**

**2018**

**Bc. Václav Dopita**

VŠB - Technická univerzita Ostrava  
Fakulta elektrotechniky a informatiky  
Katedra telekomunikační techniky

## Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Václav Dopita**

Studijní program: N2647 Informační a komunikační technologie

Studijní obor: 2601T013 Telekomunikační technika

Téma: **Měření vlastností nanokompozitů**  
**Measurement Properties of Nanocomposites**

Jazyk vypracování: čeština

### Zásady pro vypracování:

Tato diplomová práce je interdisciplinárního charakteru a její zadání je dáno spoluprací Katedry telekomunikační techniky s Centrem nanotechnologií. Cílem práce je měření vlastností nanokompozitů (PANI/MMT) v podobě spektrální odezvy, polarizačních vlastností, vodivosti, propustnosti. Práce je převážně praktického charakteru v podobě velkého množství měření a poté adekvátního vyhodnocení skrze statistické zpracování naměřených dat.

1. Nastudujte problematiku spojenou s nanokompozity (PANI/MMT).
2. Sestavte měřicí pracoviště pro testování vlivu teplotní zátěže vybraných typů nanokompozitů (PANI/MMT).
3. Analyzujte optické a elektrické vlastnosti nanokompozitů (PANI/MMT) během dlouhodobé teplotní zátěže.
4. Zpracujte a vyhodnoťte naměřené výsledky z daných měření.

### Seznam doporučené odborné literatury:

ČAMBORA, Štefan. Měření parametrů odrazivosti luminoforů. Ostrava, 2013. Bakalářská práce. Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava. Vedoucí práce Svatuška, Josef.

ČAMBORA, Štefan. Studium vlastností PANI vrstev. Ostrava, 2016. Diplomová práce. Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava. Vedoucí práce Vašínek, Vladimír.

KULHÁNKOVÁ, Lenka, Jonáš TOKARSKÝ, Vlastimil MATĚJKA, Pavlína PEIKERTOVÁ, Silvie VALLOVÁ, Kateřina MAMULOVÁ KUTLÁKOVÁ, Vítězslav STÝSKALA a Pavla ČAPKOVÁ. Electrically conductive and optically transparent polyaniline/montmorillonite nanocomposite thin films. Thin Solid Films. 2014, 562, s. 319-325. DOI: 10.1016/j.tsf.2014.05.006. ISSN 0040-6090.

TOKARSKY, Jonas, Kateřina MAMULOVÁ KUTLÁKOVÁ, Lucie NEUWIERTHOVÁ, Lenka KULHÁNKOVÁ, Vlastimil MATĚJKA, Vítězslav STÝSKALA a Pavla ČAPKOVÁ. Texture and electrical conductivity of pellets pressed from PANI and PANI/montmorillonite intercalate. Acta Geodynamica et Geomaterialia. s. 371-377. DOI: 10.13168/AGG.2013.0036. ISSN 1214-9705.

Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí diplomové práce: **Ing. Jan Látal, Ph.D.**

Datum zadání: 01.09.2016

Datum odevzdání: 30.04.2018

---

 doc. Ing. Miroslav Vozňák, Ph.D.  
vedoucí katedry



 prof. Ing. Pavel Brandštetter, CSc.  
děkan fakulty

## Prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou/diplomovou práci vypracoval samostatně. Uvedl jsem všechny literární prameny a publikace, ze kterých jsem čerpal.

V Ostravě dne: *30. dubna 2018*

*Sign*  
.....  
podpis studenta



## **Poděkování**

Rád bych poděkoval v první řadě Ing. Janu Látalovi, Ph.D. za odbornou pomoc a konzultaci při vytváření této diplomové práce. A také Bc. Danielu Paličkovi za pomoc při měření výsledků do této práce.

## **Abstrakt**

Tato diplomová práce se zabývá měřením elektrických a optických vlastností nanokompozitu polyanilin/montmorillonit (PANI/MMT).

Vzorky s nanoseným filmem PANI/MMT byly dodány z Centra nanotechnologií při VŠB-TU Ostrava. Na těchto vzorcích byl měřen elektrický odpor, propustnost světla a odrazivost světla. Měření byla prováděna v delším časovém období pro zjištění stability vlastností měřených vzorků. Tyto vzorky byly dále při měření vystavovány chlazení a také zahřívání. Měření byla prováděna na automatizovaných pracovištích s použitými komponenty od firmy Thorlabs, kde řídicí systém byl naprogramován v softwaru LabVIEW.

## **Klíčová slova**

Polymery; vodivé polymery; nanokompozity; polyanilin; PANI; montmorillonit; MMT; polyanilin/ montmorillonit; PANI/MMT; elektrický odpor; propustnost světla; odrazivost světla; Thorlabs; LabVIEW; Peltieruv článek

## **Abstract**

This diploma thesis deals with measuring of electrical and optical properties of a polyaniline/montmorillonite (PANI/MMT) nanocomposite.

Samples covered by PANI/MMT film were acquired from Nanotechnology Centre of VŠB-TU Ostrava. These samples were used for measuring of electrical resistance, and light permeability and reflection. The measurements had been performed over an extended period of time to assess stability of the measured samples properties. Furthermore, the temperature of the samples during the measuring had been changed - both increased and decreased. The measurements had been performed in automatized workplace using components from Thorlabs company. The operating system used by the components was programmed using LabVIEW software.

## **Key words**

Polymers; conductive polymers; polyaniline; PANI; montmorillonite; MMT; polyaniline/ montmorillonite; PANIT/MMT; electrical resistance; transmittance; reflectivity; Thorlabs; LabVIEW; Peltier element

## Seznam použitých symbolů

Symbol	Jednotky	Význam symbolu
<b>A</b>	-	Absorpce
<b>G</b>	S	Vodivost
<b>I</b>	A	Proud
<b>M</b>	mol/dm <sup>3</sup>	Molární koncentrace
<b>P</b>	W	Výkon
<b>R</b>	Ω	Odpor
<b>T</b>	%	Transmittance %
<b>U</b>	V	Napětí

## Seznam použitých zkratek

Zkratka	Význam
<b>CdS</b>	Sulfid kademnatý
<b>CNC</b>	Číslicově řízené obráběcí stroje
<b>CPU</b>	Centrální procesorová jednotka
<b>DC</b>	Stejnoseměrné napětí
<b>I/O</b>	Vstupně výstupní periferie
<b>LED</b>	Elektroluminiscenční dioda
<b>MMT</b>	Montmorillonit
<b>PANI</b>	Polyanilin
<b>PANI/MMT</b>	Polyanilin/montmorillonit
<b>PANICN</b>	Polyanilin-clay
<b>PID</b>	Regulátor s proporcionální, integrační a derivační částí
<b>PS</b>	Polystyren
<b>PWM</b>	Pulzně šířková regulace
<b>USB</b>	Univerzální sériová sběrnice

# Obsah

Úvod.....	- 13 -
1 Teoretická příprava .....	- 14 -
1.1 Polymery .....	- 14 -
1.2 Vodivé polymery .....	- 15 -
1.3 Polyanilin .....	- 16 -
1.4 Polyanilin/montmorillonit .....	- 17 -
1.5 Měřené vlastnosti .....	- 19 -
1.5.1 Elektrická vodivost.....	- 19 -
1.5.2 Spektrální propustnost.....	- 20 -
1.5.3 Optická odrazivost.....	- 21 -
1.6 Peltierův článek .....	- 21 -
1.6.1 Použité Peltierovy články .....	- 24 -
1.7 Thorlabs.....	- 25 -
1.8 LabVIEW .....	- 25 -
2 Přípravek pro tepelnou regulaci měřeného vzorku.....	- 28 -
2.1 Návrh přípravku pro tepelnou regulaci .....	- 29 -
2.1.1 Použité komponenty přípravku pro tepelnou regulaci.....	- 33 -
2.2 Zprovoznění přípravku pro tepelnou regulaci .....	- 34 -
2.2.1 Zapojení ventilátorů .....	- 34 -
2.2.2 Připojení digitálních teploměrů .....	- 35 -
2.2.3 Připojení Peltierových článků.....	- 35 -
2.2.4 Použité komponenty pro oživení a měření přípravku.....	- 38 -
2.3 Naměřené hodnoty .....	- 38 -
3 Měření optických a elektrických vlastností.....	- 40 -
3.1 Měření elektrického odporu .....	- 40 -
3.1.1 Návrh měření .....	- 40 -
3.1.2 Postup měření .....	- 43 -
3.1.3 Použité komponenty .....	- 44 -
3.2 Měření propustnosti světla .....	- 44 -

3.2.1	Návrh měření .....	- 44 -
3.2.2	Program pro ovládání servomotorů .....	- 48 -
3.2.3	Postup měření .....	- 49 -
3.2.4	Použité komponenty .....	- 50 -
3.3	Měření optické odrazivosti .....	- 51 -
3.3.1	Návrh měření .....	- 51 -
3.3.2	Program pro ovládání měření .....	- 54 -
3.3.3	Postup měření .....	- 56 -
3.3.4	Použité komponenty .....	- 56 -
4	Naměřené výsledky .....	- 58 -
4.1	Elektrický odpor .....	- 58 -
4.1.1	Četnost měření .....	- 58 -
4.1.2	Stabilita měření v čase .....	- 58 -
4.1.3	Měření při chlazení .....	- 59 -
4.1.4	Měření při chlazení po dobu 180 minut .....	- 61 -
4.1.5	Měření při zahřívání .....	- 62 -
4.1.6	Měření při zahřívání po dobu 180 minut .....	- 63 -
4.1.7	Závěr měření .....	- 64 -
4.2	Propustnost světla .....	- 64 -
4.2.1	Četnost měření .....	- 66 -
4.2.2	Stabilita měření v čase .....	- 66 -
4.2.3	Měření při chlazení .....	- 67 -
4.2.4	Měření při chlazení po dobu 180 minut .....	- 68 -
4.2.5	Měření při zahřívání .....	- 69 -
4.2.6	Závěr měření .....	- 70 -
4.3	Odrazivost světla .....	- 70 -
4.3.1	Četnost měření .....	- 70 -
4.3.2	Měření odrazivosti .....	- 70 -
4.3.3	Stabilita měření v čase .....	- 72 -
4.3.4	Měření při zahřívání .....	- 73 -
4.3.5	Závěr měření .....	- 74 -

Závěr .....	- 75 -
Použitá literatura .....	- 76 -
Seznam příloh.....	- 78 -



## Úvod

V dnešní době jsou polymery každodenní součástí našeho života. Vývoj těchto polymerů jde stále dopředu a zabývá se novými možnostmi jejich využití. Příkladem jsou vodivé polymery, do kterých zapadá nanokompozit polyanilin/montmorillonit (PANI/MMT).

Tato diplomová práce se zabývá měřením elektrických a optických vlastností nanokompozitu PANI/MMT, jejichž vzorky byly dodány z Centra nanotechnologií při VŠB - TU Ostrava. Práce si klade za cíl získat výsledky měření vzorků PANI/MMT, které budou použity při dalším výzkumu v Centru nanotechnologií.

Měření nebudou jednorázového charakteru, ale budou probíhat v delším časovém období kvůli zjištění stárnutí materiálu. Také bude požadováno měření v různých teplotních podmínkách. Jedním ze stěžejních úkolů proto bude návrh a konstrukce přípravku pro tepelnou regulaci měřeného vzorku.

Tato práce vychází z diplomové práce Štefana Čambory *Studium vlastností PANI vrstev* (Ostrava, 2016), který se zaměřil na vlastnosti polyanilinu. V mé práci však bude potřeba tato měření upravit a naimplementovat na přípravek pro tepelnou regulaci měřeného vzorku.

V první kapitole objasním problematiku polymerů, vodivých polymerů a měřeného nanokompozitu PANI/MMT. Také zde přiblížím funkci Peltierova článku, který je součástí přípravku pro regulaci teploty měřeného vzorku. Rovněž zde zmíním komponenty od firmy Thorlabs, které použiji při konstrukci měřících pracovišť a software LabVIEW, kterým bude řízeno pracoviště a sběr dat.

V druhé kapitole se budu věnovat návrhu a následné konstrukci přípravku pro regulaci teploty měřeného vzorku. Tento přípravek využije dvou výkonných Peltierových článků, které ochlazují komoru s měřeným vzorkem. Zbytkové teplo poté bude předáno z těchto článků do masivních procesorových chladičů. V takto sestaveném přípravku bude možné plynule regulovat teplotu na měřeném vzorku.

Třetí kapitola se bude zabývat realizací samotných měření. Pro měření elektrického odporu vytvořím přípravek, pomocí kterého bude měřen elektrický odpor uvnitř chladičího přípravku. Měření odporu bude prováděno pomocí digitálního multimetru, kde kontakty mezi vzorkem a měřicí sestavou budou zajištěny pomocí elektrovodivé gumy.

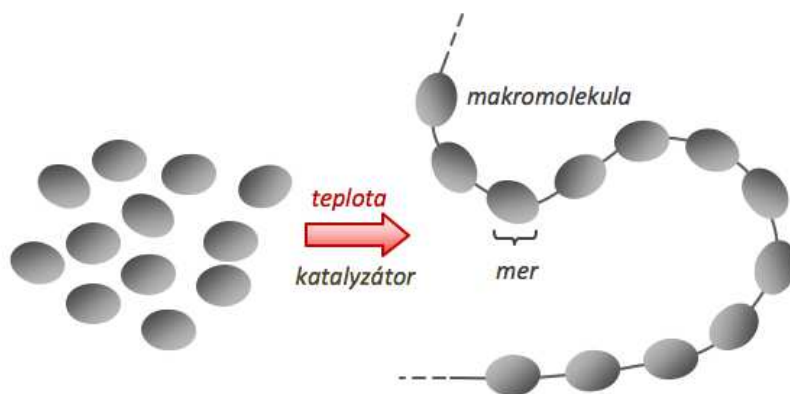
Součástí této kapitoly bude rovněž měření propustnosti světla, které bude probíhat také v přípravku pro tepelnou regulaci měřeného vzorku. Pohyb snímače a vysílače světelného zařízení bude zajištěn pomocí servomotorů. Stejným způsobem bude automatizováno pracoviště pro měření odrazivosti. Tato měření budou automatizována a řízena počítačem, na kterém bude probíhat také sběr dat.

V poslední kapitole se budu věnovat vyhodnocení výsledků měření, které je podstatou této diplomové práce. Získané hodnoty budou uvedeny v přehledných grafech.

# 1 Teoretická příprava

## 1.1 Polymery

Polymery jsou z chemického hlediska hlavně organické látky přírodního nebo syntetického původu. Typickým příkladem přírodního polymeru je například kaučuk, u syntetických to jsou silikony. To co polymery od ostatních látek odlišuje, jsou jejich velké molekuly, kdy tyto molekuly nazýváme makromolekuly. Základní opakující se jednotkou těchto makromolekul je „mer“, který můžeme také nazvat jedním dílem makromolekuly (obr. 1.1). [1]

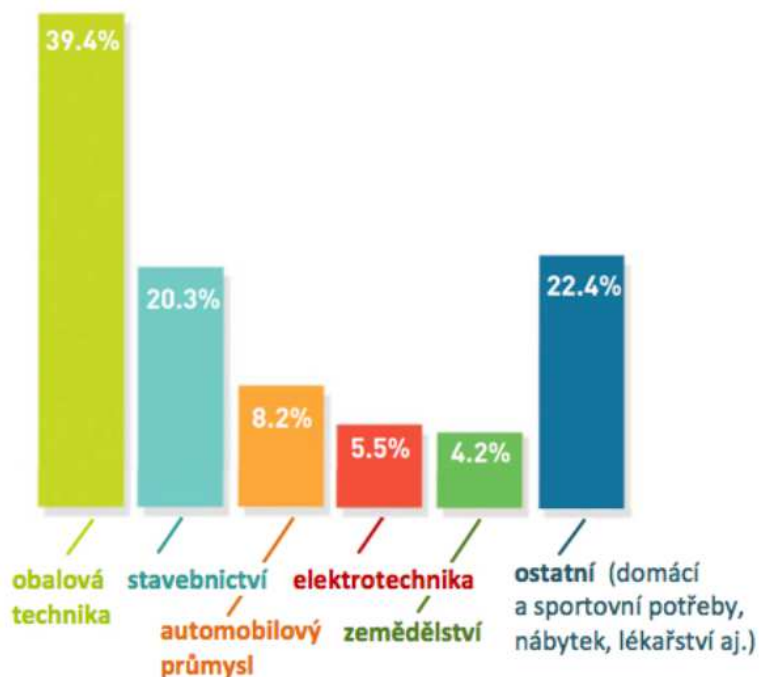


Obrázek 1.1: Schéma makromolekuly [1]

Aby sloučenina byla označena makromolekulou, musí mít vyšší molární hmotnost než 103 g/mol. U polymerů je tato hodnota obvykle více jak 104 g/mol, zatímco u nízkomolárních látek se tato hodnota pohybuje pod 100 g/mol. Příkladem nízkomolární látky je voda, která má molární hmotnost pouze 18 g/mol. [1] [2]

První zmínku o polymeru v Evropě uskutečnil Kryštof Kolumbus, když na svých výpravách objevil kaučuk, a to v roce 1496. Ovšem první využití kaučuku bylo až o 300 let později. Kaučuk je základní surovinou pro výrobu pryže. [1]

V dnešní době jsou polymery nezbytnou součástí našeho života. Jsou na ně kladeny vysoké technologické, ekologické a také estetické požadavky. Polymery nachází široké uplatnění v různých odvětvích průmyslu (obr. 1.2). Celosvětová produkce polymerů neustále vzrůstá, kdy v roce 1950 činila pouze 1,7 mil. tun ročně, zatímco v roce 2012 již 288 mil. tun za rok. [1]

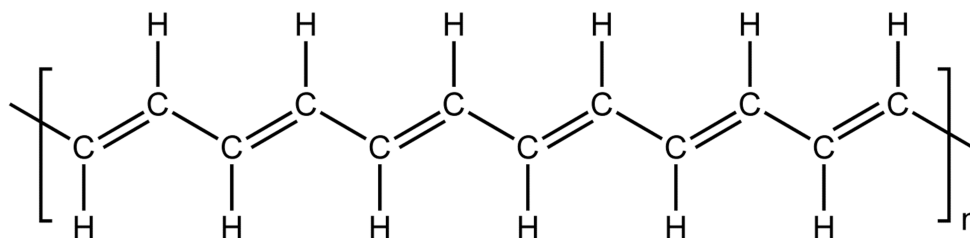


Obrázek 1.2: Využití polymerů v průmyslu [1]

Většina polymerů patří mezi elektrické izolanty. Tato jejich vlastnost je často využívána pro izolaci vodičů, kabelů apod. Naproti tomu existují malá skupina polymerů s mimořádnou elektrickou vodivostí. Tyto polymery se nazývají vodivé polymery. Tento druh polymeru byl objeven v roce 1977 skupinou vědců, mezi něž patřil americký fyzik A. J. Heegerem, americký chemik A. G. MacDiarmidem a japonský chemik H. Shirakawoviem. Tito vědci obdrželi za tento objev Nobelovu cenu za chemii v roce 2000. [3]

## 1.2 Vodivé polymery

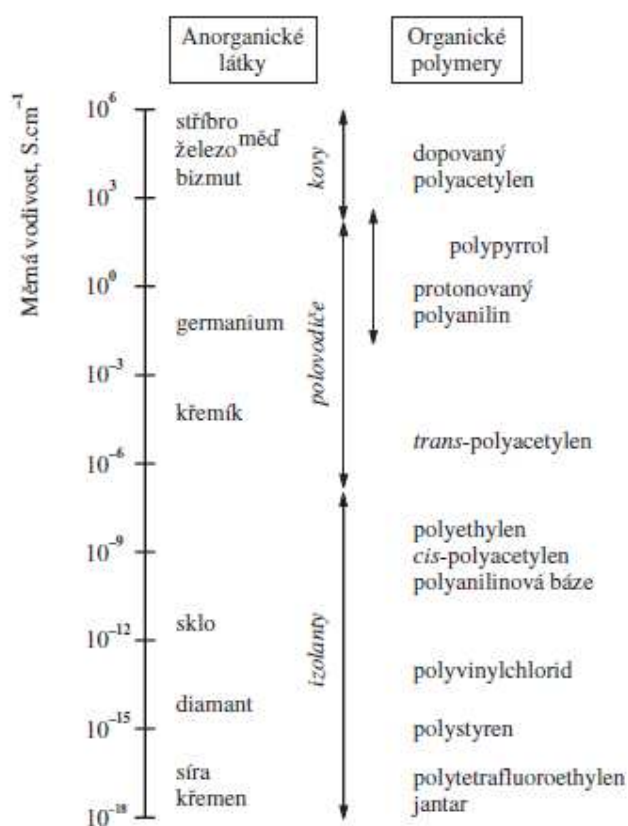
Vodivé polymery jsou látky, u kterých se pravidelně střídá jednoduchá (dva vazebné elektrony) a dvojná vazba (čtyři vazebné elektrony). Tato vazba se nazývá konjugovaná a je dobře zřetelná například u polyacetylénu (obr. 1.3). [3]



Obrázek 1.3: Vazba polyacetylénu [4]

Dalším předpokladem pro elektrickou vodivost je přítomnost nositele elektrického náboje. Tento nositel náboje dostaneme do polymeru pomocí dopování dalších prvků, což lze porovnat s dopováním polovodičů. U těchto však stačí pro přenos náboje pouze stopové množství nositele. Naproti tomu u polymeru potřebujeme mnohem vyšší koncentraci dopovaného prvku, řádově jednotky až desítky procent. Příkladem vodivých polymerů jsou polyacetylen, polypyrrol, polythioen, polyanilin, polyfenylen či polyfenylenvinyle. [3]

Příklad porovnání elektrické vodivosti organických polymerů se známými anorganickými látkami je uveden na obrázku 1.4. [3]



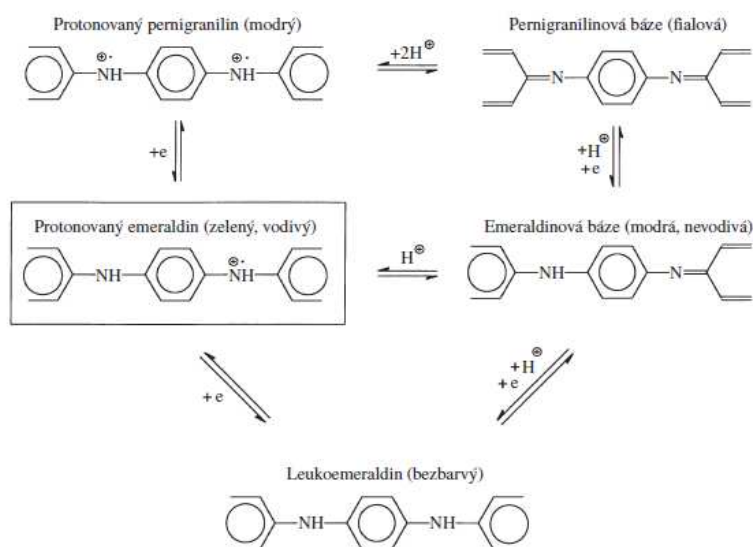
Obrázek 1.4: Porovnání vodivosti anorganických látek a polymerů[3]

### 1.3 Polyanilin

Polyanilin je pravděpodobně nejstarším uměle vytvořeným polymerem. Má mezinárodní označení PANI. První záznam o získání anilinu byl v roce 1826 německým chemikem O. Unverdorbenem. Následně v roce 1840 popsal německý chemik J. Fritzsche

zelené oxidační účinky anilinu, tyto účinky bychom v dnešní terminologii nazvali polyanilinem. Později v roce 1862 britský chemik H. Letheby provedl elektrochemickou oxidaci, která vedla k modrému zabarvení. Což je typický znak polyanilinové báze. Polyanilin byl ve světě nadále zkoumán, avšak v Československu byl popsán poprvé v roce 1968. [3]

Polyanilin existuje v mnoha formách, které se navzájem liší stupněm oxidace či protonace. Dopování elektronů či jejich odebrání lze provádět jak elektrickou, tak chemickou oxidací a redukcí. Tímto lze získat různé formy lišící se chemickou strukturou, stabilitou, zbarvením a elektrickými vlastnostmi (obr. 1.5). [3]



Obrázek 1.5: Schéma polyanilinových forem [3]

Výroba polyanilinu není natolik složitá, navíc chemikálie potřebné pro výrobu jsou běžně dostupné. Získaný polyanilin můžeme mít v různých formách jako granule, nanotrubičky, filmy a jiné. Samotné zpracování takto získaného materiálu je už mnohem těžší, navíc jej není možné rozpustit v běžných rozpouštědlech. [5]

## 1.4 Polyanilin/montmorillonit

Tenkovrstvý nanokompozitní polyanilinový/montmorillonitový film je ve zkratce označen PANI/MMT. [6]

Montmorillonit je minerál z rozsáhlé skupiny jílových minerálů. Jeho název je odvozen od naleziště u obce Montmorillon ve Francii. Tento minerál je zařazen ve skupině smektitu, která je hlavní skupinou fylosilikátů. Jeho chemické složení je  $(\text{Ca}, \text{Na})\text{MgAl}_2(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2 \pm n\text{H}_2\text{O}$ , zabarvení je od šedé, bělavé, narůžovělé až po nažloutlé (obr. 1.6). Tento minerál se

běžně nachází v jílových sedimentech a půdách. Vzniká zvětráváním vulkanických skel, tufitických hornin a také sepiťnitů. Vzácně se objevuje v hydrotermálních žilách. [7]



*Obrázek 1.6: Montmorillonit [8]*

Mimo Francii se také například vyskytuje v USA - Green River a na Slovensku - Kuzmice. U nás v České republice jej nalezneme v Brňanech u Mostu, Doupovských horách (tufy), Ivančicích (bentonit), Krupce a Starém Ransku (hydrotermální výskyty). [7]

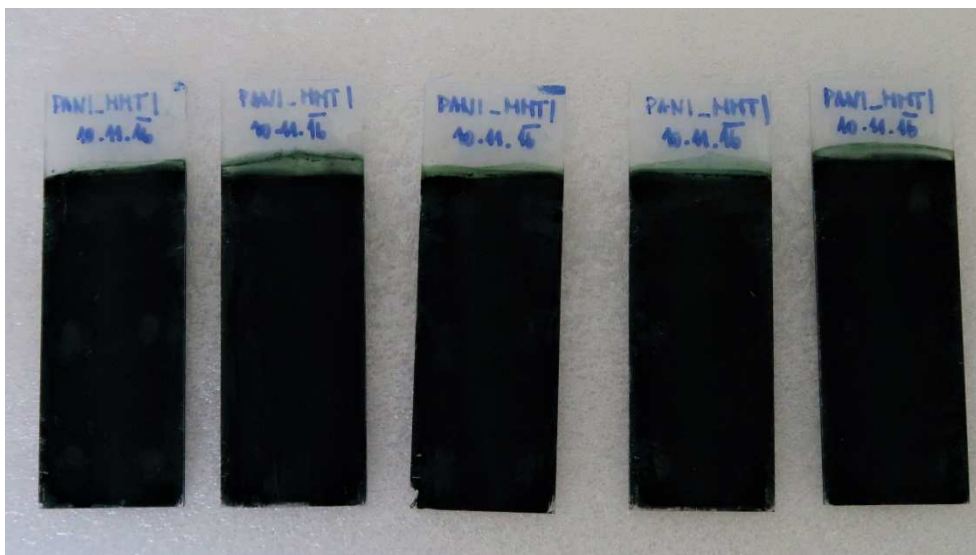
Vodivé kompozitní filmy založené na vodivých polymerech byly vytvořeny už mnoha vědci. Smícháním PANI s jinými polymery nebo plnidly poskytuje možnost vytvářet různé materiály, které mají lepší vodivost a zpracovatelnost. V jejích pracích byly používány komponenty uhlíkové nanotrubičky, kardoxymethylcelulóza, CdS. Zde jsou použity PANI/fylosilikátové nanokompozitní filmy, které neobsahují žádné další složky, například pojiva či polymerní nosiče. Za fylosilikát byl vybrán MMT kvůli jeho dobrým optickým vlastnostem a také kvůli možnosti vytvoření vrstvené struktury. Tyto nanokompozitní filmy PANI/MMT dosahují oproti čistým PANI jedinečných elektrických a optických vlastností. [6]

Na výrobu vzorků PANI/MMT je potřeba anilin, kyselina sírová a peroxydisulfát amonný. Jako substrát byla použita mikroskopová sklíčka o rozměrech 76 x 26 x 1 mm. Tato sklíčka byla pečlivě umyta a usušena. Aby vzorek nevznikal oboustranně, byla jedna jeho strana zalepena páskou. Následně byl připraven anilin sulfát jako prekurzor. Tento roztok se skládá z 0,2 M anilinu připraveného v 0,5 M kyseliny sírové a 0,1 M peroxydisulfátu amonného rozpuštěného v destilované vodě. Nakonec do roztoku bylo přidáno odpovídající množství montmorillonitu. [6]

Do takto připraveného roztoku byla ponořena sklíčka, která byla sponkami uchycena na strunách. Poté probíhala několik hodin polymerizace a na sklíčkách byl vytvořen film

nanokompozitního materiálu PANI/MMT. Posledním krokem bylo opláchnutí vzorků 0,2 M kyselinou chlorovodíkovou a jejich usušení. [6]

Dle výše uvedeného postupu bylo v Centru nanotechnologií vyrobeno pět stejných vzorků s PANI/MMT filmem (obr. 1.7). Jak je z obrázku patrné, jsou velmi matné a zabarvené od tmavě zelené až do černa. Uvedené vzorky byly použity pro měření v této práci.



*Obrázek 1.8: Vzorky s PANI/MMT filmem*

Budoucí použití PANI/MMT je podobné k nanokompozitům složených z polyanilin-clay (PANICN) a polystyrene (PS). Tento materiál (PANICNPS) má výborné izolační účinky proti elektromagnetickému rušení a v budoucnu by mohl být využitý například jako stínění mikroelektroniky. [9]

## 1.5 Měřené vlastnosti

### 1.5.1 Elektrická vodivost

Ve vodiči, ke kterému se připojí zdroj napětí, se mění pohyb elektronů z neuspořádaného na uspořádaný. Místo, kde elektrony vstupují do vodiče, označujeme záporným pólem, naproti tomu místo kde vystupují, označujeme kladným pólem. Průchod elektronu mezi těmito póly brzdí srážky s atomy v jejich atomové mřížce. Tyto srážky se označují jako elektrický odpor  $R$  s jednotkou  $\Omega$ . Elektrickým odporem popisujeme vlastnost materiálu, bránit průchodu elektrickému proudu. Čím větší odpor, tím hůř vede elektrický proud. [10]

Z Ohmova zákonu vychází, že  $R = \frac{U}{I}$  [ $\Omega$ ]



Naproti tomu elektrická vodivost  $G$  s jednotkou Siemens  $S$  je veličina, která popisuje vlastnost materiálu vést elektrický proud. Čím lepší vodič tím má větší vodivost a menší elektrický odpor.

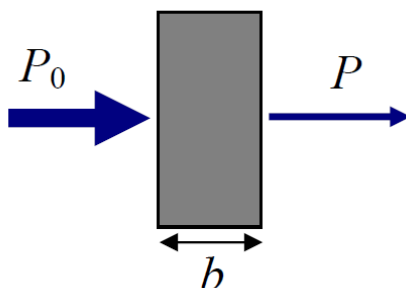
$$G = \frac{I}{U} [S]$$

Elektrickou vodivost můžeme vyjádřit jako převrácenou hodnotu k elektrickému odporu. [10]

$$G = \frac{1}{R} [S]$$

### 1.5.2 Spektrální propustnost

Spektrální propustností neboli transmitancí rozumíme množství světla elektromagnetického záření o dané vlnové délce a zářivém toku  $P_0$  procházející látkou  $b$ . Na, nebo v látce  $b$  dochází k pohlcení (absorpci) části záření, tím pádem vycházející zářivý tok  $P$  je menší než záření dopadající (obr. 1.8). [11]



Obrázek 1.8: Propustnost světla látkou

Transmittance (propustnost):  $T = \frac{P}{P_0} [-]$

Často se transmittance udává v procentech záření:  $T = \frac{P}{P_0} \cdot 100 [\%]$

Absorpce (pohltivost):  $A = \log \frac{P_0}{P}$

Nebo jako převrácenou hodnotu k propustnosti:  $A = \log \frac{1}{T}$



### 1.5.3 Optická odrazivost

Odrazivost je optická vlastnost materiálu, která vyjadřuje, jaké množství světla se odrazilo vůči množství, které na materiál dopadlo. K odrazu dochází vždy na povrchu materiálu a u průsvitných materiálů dochází k odrazu z objemu.

Na hladkém (vyleštěném) povrchu je odraz přímý, tzv. spektakulární. Naopak na povrchu drsném (rozptylujícím) je odraz difuzní, tzv. rozptýlený. Přímý odraz se řídí zákonem o odrazu, kdy úhel odrazu je stejný jako úhel dopadu a oba se vztahují ke kolmici vedené k povrchu. Difuzní odraz je odraz do všech směrů, kde většina odraženého světla je vedena do směrů blízkých k přímému odrazu.

Odrazivost závisí na druhu materiálu, jeho chemickém složení a struktuře, stavu jeho povrchu, vlnové délce, směru dopadajícího a odraženého světla a polarizaci světla. [12]

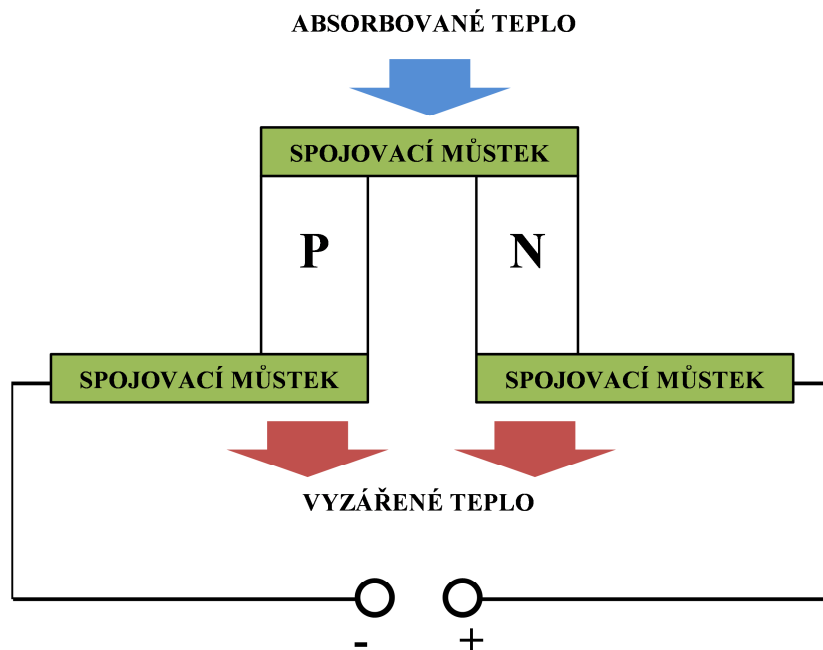
## 1.6 Peltierův článek

Peltierův článek je využit v přípravku pro tepelnou regulaci měřeného vzorku (kapitola 2).

Tento článek funguje na základě Peltierova jevu, který je opačným jevem k Seebeckovu jevu. Peltierův jev objevil francouzský fyzik Jean Charles Athanase Peltier, který žil v letech 1783 - 1845. [13]

Jev je založen na průchodu stejnosměrného proudu místem styku dvou různých vodičů, kde je vyzařováno nebo pohlcováno teplo. To je označováno jako Peltierovo teplo a je úměrné na procházejícím proudu. V místě styku vodičů také záleží na směru protékajícího proudu a podle toho je teplo vyzařováno nebo pohlcováno. [14]

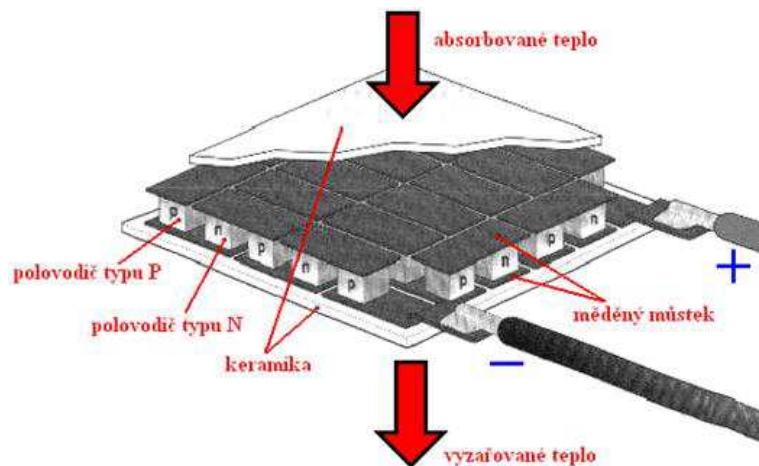
Standardní Peltierův článek se skládá ze dvou sloupků hranolovitého tvaru vyrobených z polovodičů. Jeden sloupek je polovodič typu N a druhý typu P. Následně jsou tyto sloupky spojeny spojovacím můstkem, který přivádí do článku elektrickou energii a odvádí nebo pohlcuje okolní teplo (obr. 2.3). [14]

*Obrázek 1.9: Peltierův článek*

Při takovém zapojení jsou v polovodiči typu N hlavními nosiči náboje elektrony. Ty jsou odváděny směrem ke zdroji napětí. Opačně u polovodiče typu P jsou hlavním nosičem náboje díry. Ty jsou rovněž odváděny ke zdroji napětí. Tím pádem ve spojovacím můstku klesá počet volných nosičů náboje a klesá kontaktní napětí. Vrchní spojovací můstek se tedy ochlazuje, zatímco spodní dva se ohřívají. [13]

V místě styků polovodiče a spojovacího můstku vzniká nežádoucí přechodový odpor, který ovlivňuje dosažitelnou chladicí kapacitu článku. Tuto kapacitu také ovlivňuje rozdíl teplot mezi teplou a studenou stranou polovodičového materiálu, kde vzniká přechod tepla v samotném materiálu z jedné strany na druhou. [14]

Tyto jednotlivé Peltierovy články se zapojují do série větších celků do takzvaných termobaterií (obr. 2.4). Každý polovodič v modulu se nazývá element a pár těchto elementů tvoří jeden termočlánek.



Obrázek 1.10: Peltierovy články zapojené v termobaterii [13]

Pro dosažení většího teplotního rozdílu se tyto články také zapojují do kaskády a vznikají tak víceúrovňové moduly (obr. 2.5).



Obrázek 1.11: Vícestupňový Peltierův článek [16]

Peltierovy články (termobaterie) se dají běžně koupit v obchodě s elektronickými součástkami. Články jsou vyráběny s následujícími parametry: jmenovité napětí, maximální proud, tepelný výkon, maximální tepelný rozdíl.

Na standardním Peltierově článku lze vidět jednotlivé elementy (obr. 2.6).



Obrázek 1.12: Standardní Peltierův článek s jednotlivými elementy [15]

Pro užití v mém chladícím přípravku jsem potřeboval použít výkonné články se zalitými elementy v silikonu. Tím pádem jsou tyto články vodotěsné a zabraňují kondenzaci vody uvnitř článku.

#### 1.6.1 Použité Peltierovy články

V mé práci jsem použil dva kusy Peltierových článků (obr. 2.7) s parametry:

Označení: HP-127100  
Max. vstupní napětí: 16,4 V  
Max. vstupní proud: 10 A  
Max. tepelná výkon: 90 W  
Max. tepelný rozdíl: 70 °C  
Max. teplota: 200 °C  
Počet P/N přechodů: 127  
Rozměry: 40 x 40 mm  
Tloušťka: 3,45 mm



Obrázek 1.13: Výkonný Peltierův článek použitý v přípravku [17]

## 1.7 Thorlabs

Firma Thorlabs vznikla v roce 1989 jako výrobce univerzálního vybavení laboratoří pracujících s optikou. Firmu založil Alex Cable, který je hlavním majitelem a výkonným ředitelem. Její sídlo je ve městě Newton v New Jersey. Dnes tato firma zaměstnává okolo 1000 lidí a v roce 2013 byl její roční obrat 250 mil. dolarů. Thorlabs má celkem 15 výrobních a konstrukčních zázemí v osmi zemích světa. Nejbližším střediskem je Mnichov v Německu.

Firma ve svém sortimentu nabízí přes 20 000 různých produktů. Sortiment se stále rozšiřuje dle požadavků samotných zákazníků, pro které firma dokáže dodat kompletní řešení. [18]

Produkty firmy: [19]

- Optické prvky jako čočky, zrcadla, polarizátory, děliče svazků a izolátory.
- Optomechanika, držáky optiky a spojovací materiál.
- Manuální a motorizované prvky.
- Adaptivní optika, deformovatelná zrcadla a vlnoplochy.
- Světelné zdroje, lampy, LED a diodové lasery.
- Detektory, fotodiody a kamery.
- Optická vlákna.
- Kompletní systémy pro mikroskopii a elektrofyzilogii.
- Systémy pro optickou koherenční tomografii.
- Výukové sety.

## 1.8 LabVIEW

Programovací a vývojové prostředí LabVIEW, z anglického jazyka Laboratory Virtual Instruments Engineering Workbench, se dá nazvat jako laboratorní pracoviště virtuálních přístrojů. Za tímto produktem stojí firma National Instruments, která je největším výrobcem v oblasti virtuální instrumentace a podílí se na rozmachu vývoje, výzkumu a školství.

Prostředí LabVIEW je označováno jako G-jazyk. Programování zde není ve zdrojovém kódu, ale v grafické podobě. Program je vhodný pro řadu aplikací, například pro měření a analýzu signálů, pro řízení a vizualizaci technologických procesů a také pro programování složitých systémů. [20]

Firmu National Instruments (NI) založili v garáži v americkém Austinu v roce 1976 James Truchard, Jeff Kodosky a Bill Nowlin. Vývojové prostředí nejprve vznikalo pro počítače Apple Macintosh, které umožňovaly místo klasického textového programování vytvořit program v grafické podobě.

Programy obsahovaly různé funkce a byly reprezentovány rozdílnými ikonami pospojovanými virtuálními vodiči. Výsledek se vykresloval například do grafů. V té době to

byla revoluční myšlenka, která způsobila všeobecné rozšíření virtuální instrumentace všem technikům. [20] [21]

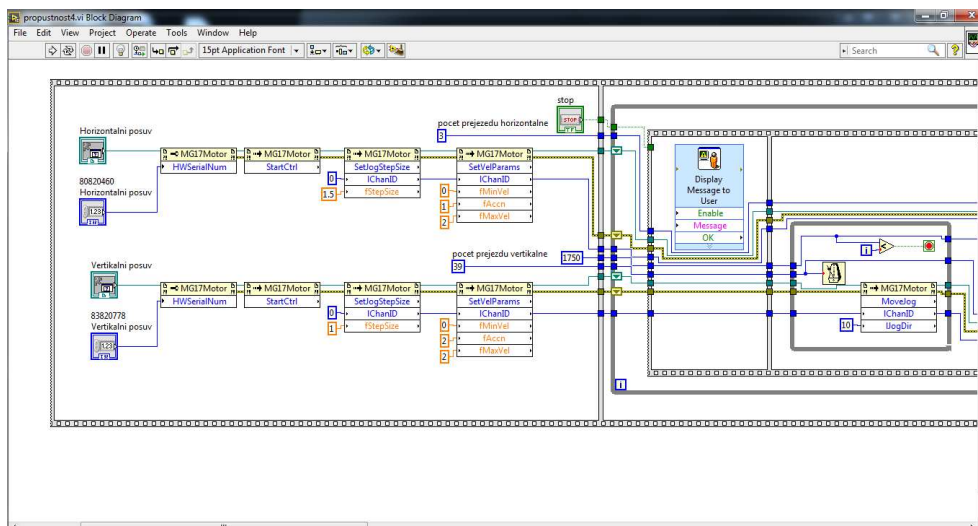
Programové prostředí je stále ve vývoji a každý rok se vydává nová edice. V době psaní této práce byly na trhu dva typy prostředí. LabVIEW 2017, kde je opět zjednodušená integrace hardwaru. Lze zde rychle začít sběrem dat z jakéhokoli I/O zařízení a tato zařízení mohou být jak od NI tak od třetích stran. Dalším prostředím je LabVIEW NXG 1.0, které je označována za novou generaci prostředí. Tato verze minimalizuje čas potřebný k zahájení měření díky novým pracovním postupům pro sběr a virtualizaci dat. Veškeré tyto postupy lze provádět bez nutnosti programování. [22]

Prostředí LabVIEW je rozděleno do dvou zobrazení. Prvním je přední panel, který slouží pro zobrazení a ovládání prostředí. Zde můžeme přidávat například textová pole, tlačítka, grafy a také indikátory (obr. 1.9).



Obrázek 1.14: Přední panel programu LabVIEW

Druhým zobrazením je blokový diagram, kde je naprogramována samotná aplikace. Zde jsou například prvky z předního panelu, vlastní funkce, proměnné, vstupy, výstupy, práce s daty apod. (obr. 1.10).



Obrázek 1.15: Blokový diagram programového prostředí LabVIEW

## 2 Přípravek pro tepelnou regulaci měřeného vzorku

Mým úkolem bylo vytvoření přípravku pro měření vzorků v různých teplotních podmínkách (dále také jen vytvořený přípravek nebo přípravek pro tepelnou regulaci). Zejména o chlazení vzorků s plynulou regulací teploty.

Testování vzorků v mínusových teplotách bylo do současnosti prováděno pouze pomocí kapalného dusíku. A to tak, že vzorky byly ponořeny do dusíku a po vytažení ven byly měřeny jejich vlastnosti. U tohoto provedení docházelo sice k velkému ochlazení, ale nebylo možné při chlazení vzorky měřit, nebo regulovat danou teplotu, na kterou byl vzorek ochlazen.

Inspirací pro výrobu chladicího přípravku byla pro mě stávající měřicí pracoviště na fakultě elektrotechniky a informatiky.

U první varianty pracoviště bylo chlazení vyřešené pomocí běžně dostupné mrazničky o objemu 30 l (obr. 2.1). Zde se ochlazovalo optické vlákno a měřily se jeho vlastnosti. Použití tohoto systému bylo však pro mé měření nevyhovující. Důvodem byla možnost velmi pomalého nastavení požadované teploty. Dalším problémem je počet a velikost použitých měřicích zařízení, na které by byla potřeba mraznička o velkém objemu.

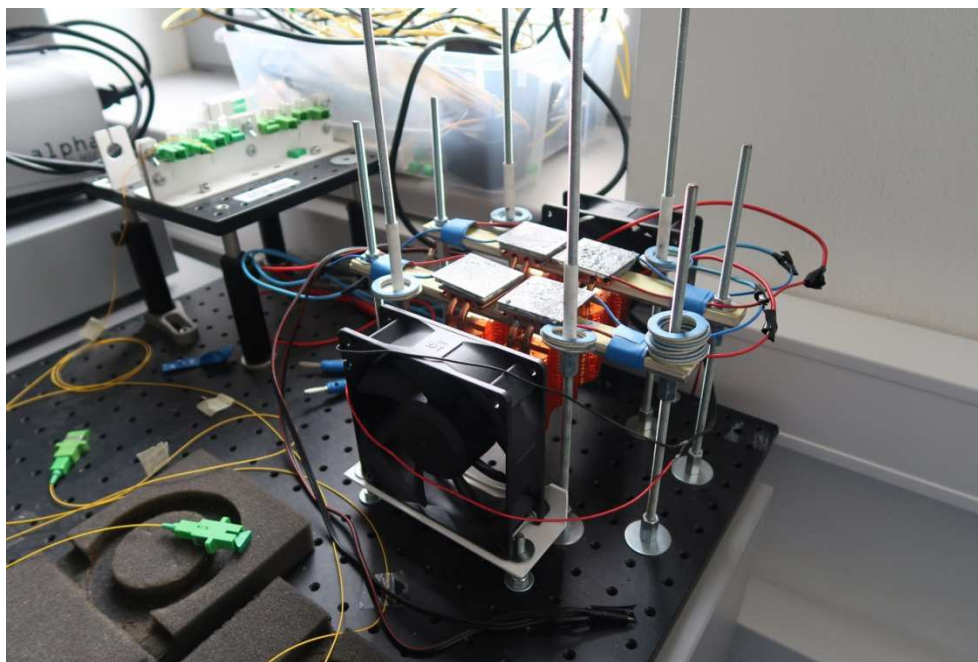


*Obrázek 2.1: Chlazení pomocí mrazničky*

Druhou variantou pro pracoviště bylo použití masivního měděného bloku chlazeného několika Peltierovými články (obr. 2.2). Toto řešení bylo rozměrově kompaktní a chladicí



teplota se dala snadno regulovat. Nevýhodou byla malá účinnost a dosažení pouze nízkých záporných hodnot teploty.



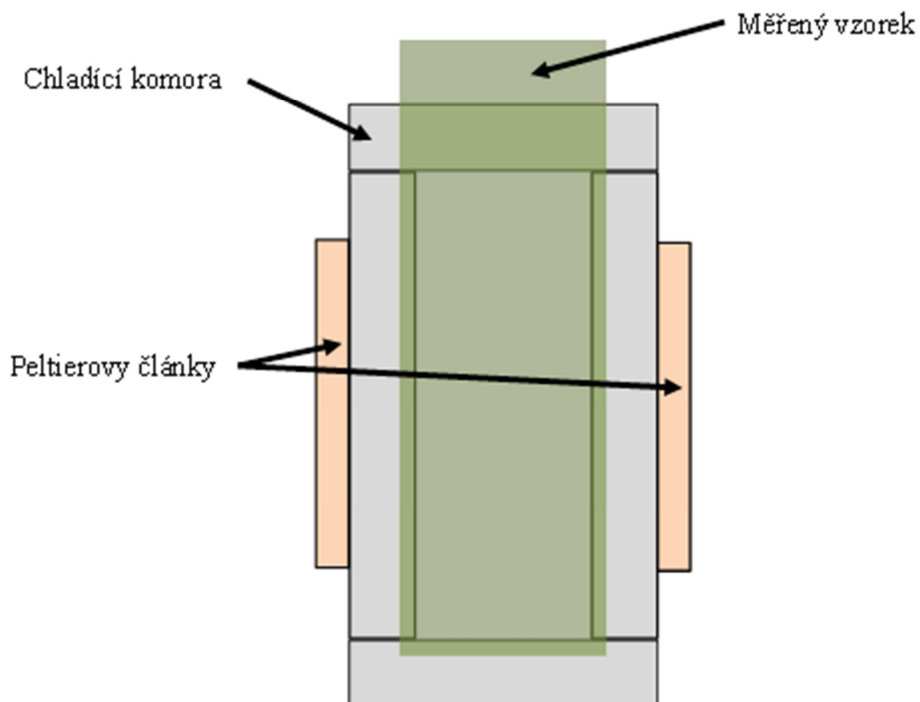
*Obrázek 2.2: Chlazení pomocí Peltierových článků*

Proto jsem se rozhodl pro mé výzkumné měření použít Peltierův článek a vylepšit účinnost přenosu teplot.

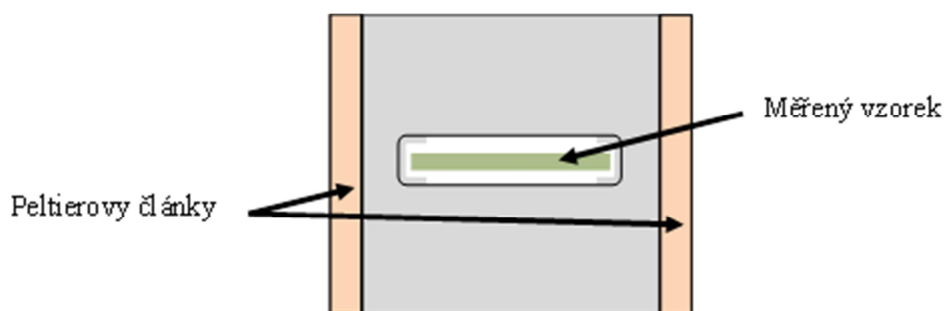
## **2.1 Návrh přípravku pro tepelnou regulaci**

Základem návrhu vytvořeného přípravku je zhotovení chladicí komory pro vzorek s materiálem. Chladicí komora je ze dvou stran otevřená, aby se daly měřit optické vlastnosti. Tuto komoru jsem navrhl s co nejmenší velikostí, a to z důvodu, aby Peltierovy články měly co největší účinnost. Články jsou na komoru umístěny z boku a hloubka komory je dimenzována přesně na velikost článků (obr. 2.3, obr. 2.4).

Vzorky s měřeným materiálem se do komory vytvořeného přípravku vkládají z horní strany, kde je umístěna šterbina. Aby vzorek držel na svém místě, je pro něj vyfrézována v komoře drážka. Komora je vyrobena z hliníkových desek tloušťky 5 mm, které byly opracovány na CNC strojích.



Obrázek 2.3: Chladicí komora zepředu

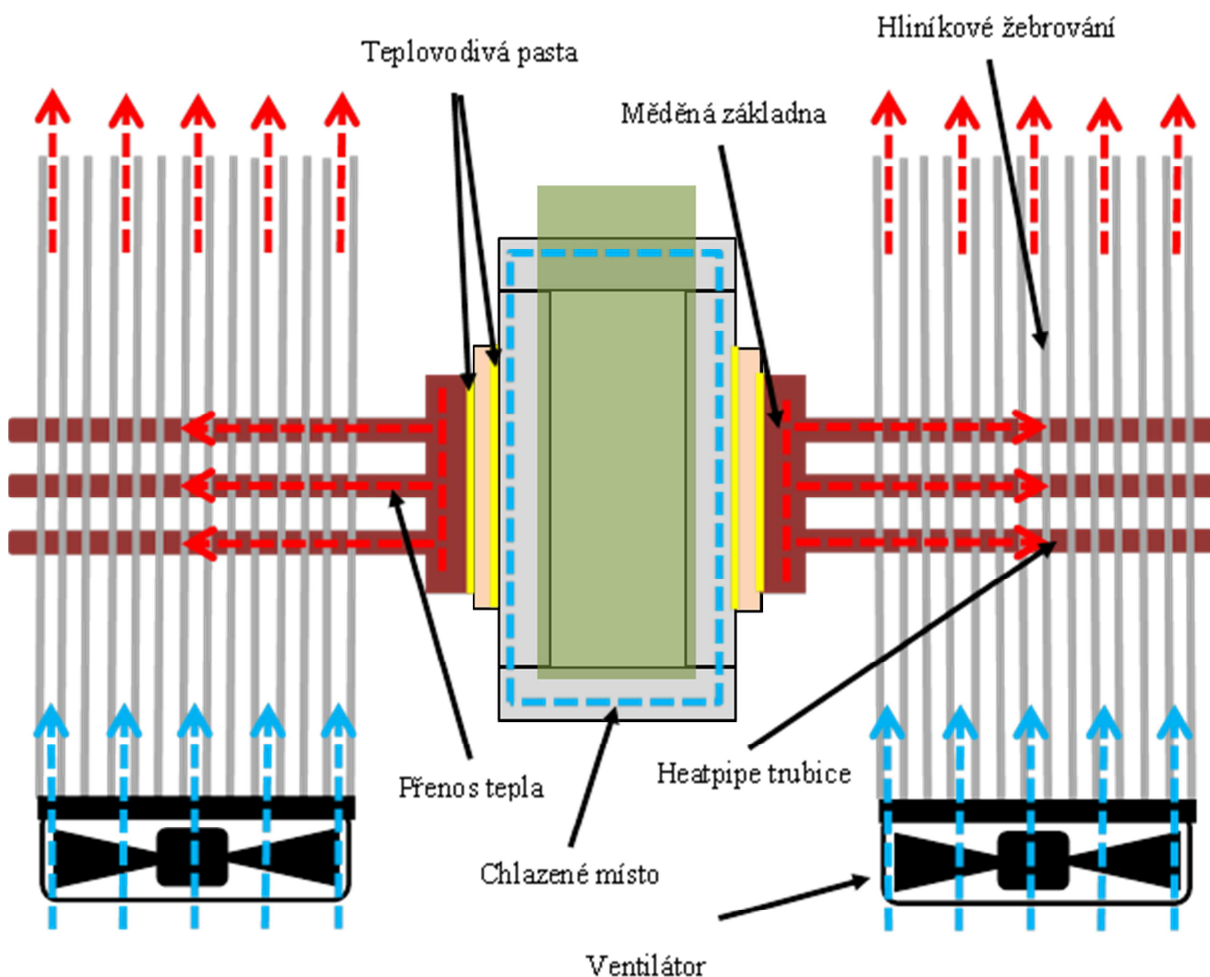


Obrázek 2.4. Chladicí komora svrchu

Peltierovy články jsou umístěny na boční stěny komory a na ně jsou připevněny chladiče, které se běžně používají pro chlazení výkonných počítačových procesorů s výkonem až 150 W.

Tyto chladiče mají měděnou základnu, ze které je teplo přenášeno pomocí tří heatpipe trubíc dál do výměníku. Zde je zajištěna výměna tepla v žebrované části složené z tenkých hliníkových lamel. Stálý proud vzduchu zajišťují integrované ventilátory, které jsou tiché a disponují dostatečnými otáčkami (obr. 2.5).

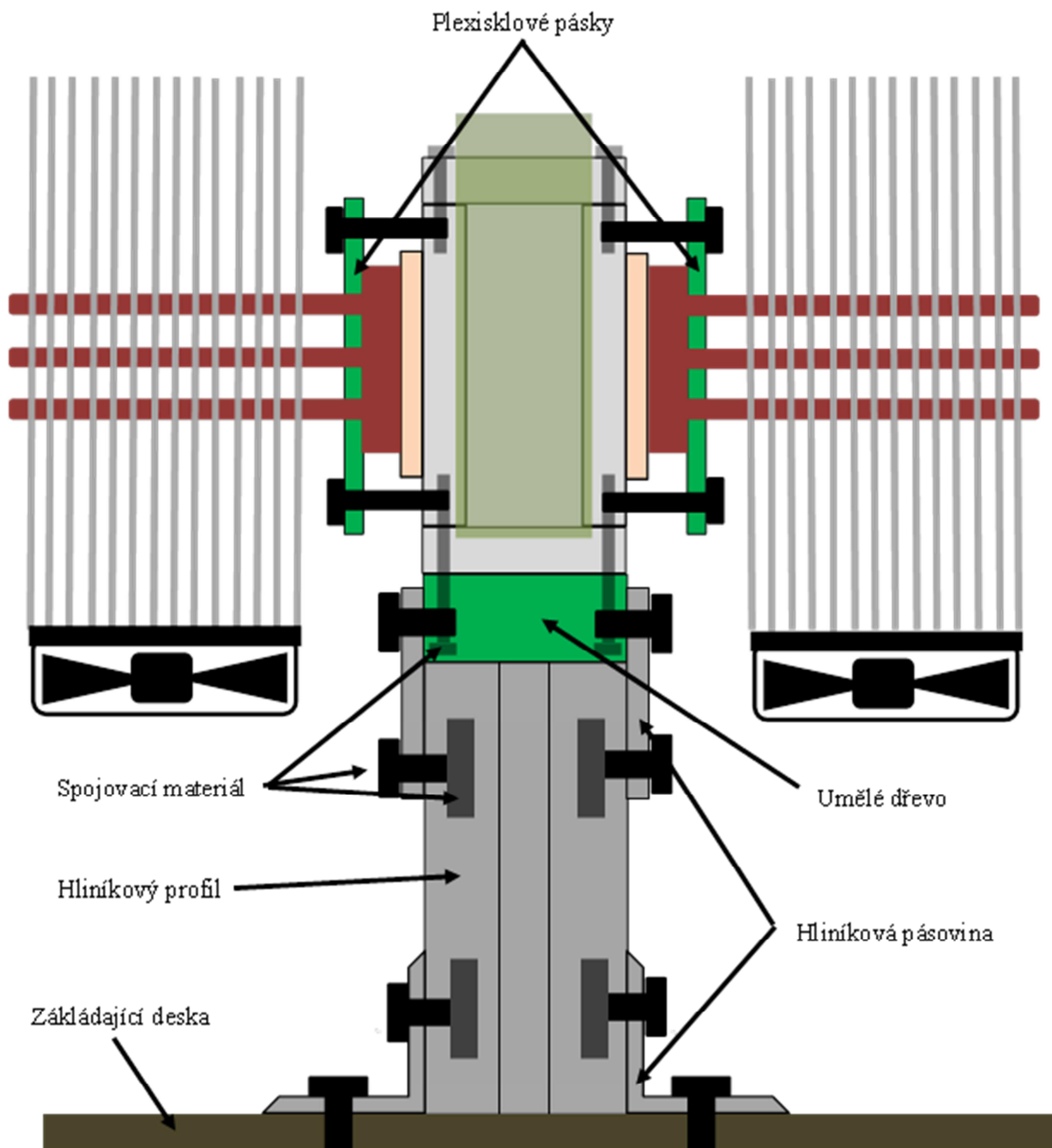
Pro zlepšení přenosu tepla mezi komorou, Peltierovými články a chladiči CPU, byla do míst styku těchto částí nanесena kvalitní stříbrná teplovodivá pasta (obr. 2.5).



Obrázek. 2.5: Přenos tepla v přípravku

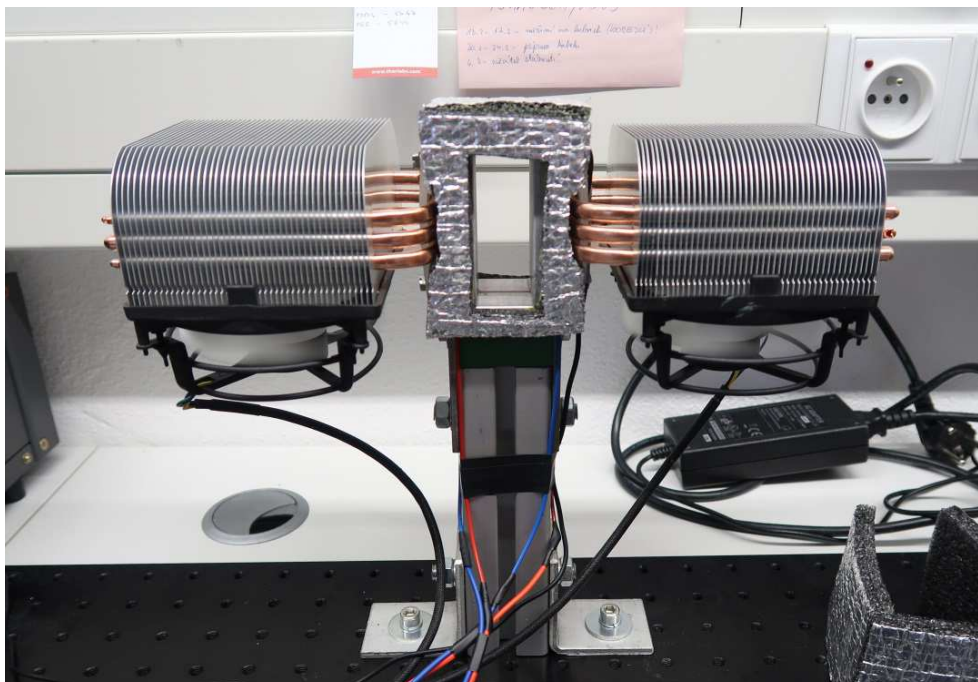
Zbývalo vyřešit uchycení chladičů na komoru. Chtěl jsem, aby toto spojení bylo tepelně nevodivé a neztrácela se díky němu účinnost chlazení. Z tohoto důvodu jsem chladiče ke komoře připevnil páskem plexiskla přišroubované ke komoře. Toto řešení má výhodu, jak tepelné nevodivosti, tak pružnosti. Tím je eliminováno mechanické poškození heatpipe trubic na chladiči (obr. 2.6).

Celý přípravek pro regulaci teploty je uchycený zespodu k hliníkovému profilu 45 x 45 mm přes mezikus z umělého dřeva a následně ukotven do základní desky s definovanými otvory pro komponenty od firmy Thorlabs.



Obrázek 2.6: Sestavení přípravku

K dokončení vyrobeného přípravku bylo potřeba zaizolovat chladicí komoru pro zamezení tepelných ztrát. To je zajištěno technickou pěnou z polyethylenu o tloušťce 1 cm z vrchní strany překrytou hliníkovou folií. Dokončený přípravek pro tepelnou regulaci je zobrazen na obrázku 2.7.



Obrázek 2.7: Přípravek se zaizolovanou komorou

### 2.1.1 Použité komponenty přípravku pro tepelnou regulaci

Dva kusy procesorových chladičů:

Model: Arctic Cooling Freezer 7 Pro Rev.2

Maximální chladicí výkon: 150 W

Regulace otáček: automatická, PWM

Maximální otáčky: 2200 ot/min

Průtok vzduchu: 77 m<sup>3</sup>/h

Maximální proud: 0,25 A

Úroveň hluku: 24,4 dB

Velikost větráku: 92 x 92 mm

Hmotnost: 520 g

Teplovodivá pasta:

Model: Arctic Cooling MX-2 Thermal Compound

Tepelná vodivost: 5,6 W/mK

Hustota: 3,96 g/cm<sup>3</sup>

Viskozita: 850 Pa·s

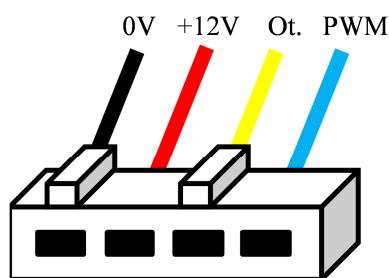
## 2.2 Zprovoznění přípravku pro tepelnou regulaci

Po sestavení celého přípravku bylo zapotřebí zapojit veškeré napájení, připojit digitální teploměry a zprovoznit celé zařízení.

### 2.2.1 Zapojení ventilátorů

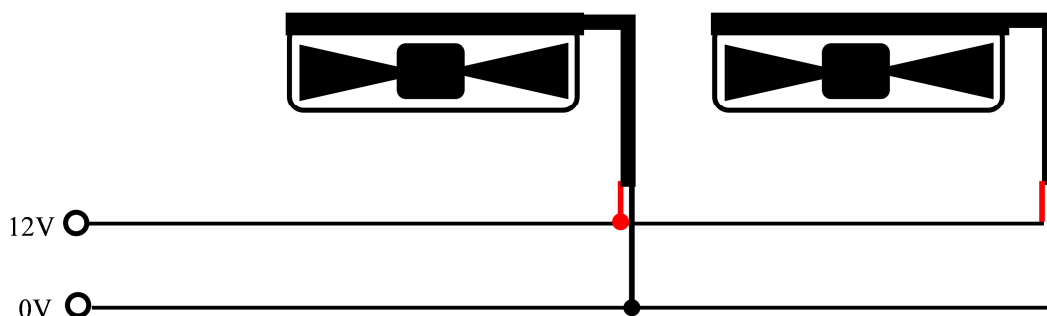
Prvním úkolem bylo připojení ventilátorů s pulzní regulací otáček PWM od procesorových chladičů. Tyto ventilátory lze připojit buď s regulací PWM nebo s maximálními otáčkami. V mém měření jsem potřeboval mít otáčky ventilátorů na maximum, kvůli největší účinnosti chlazení. Navíc tyto ventilátory i při maximálních otáčkách jsou přiměřeně tiché.

Každý ventilátor je připojen pomocí standardního 4pinového konektoru pro chlazení CPU na základních deskách od PC (obr. 2.8). Pro mé měření jsem využil pouze dva vodiče, a to černý pro 0 V a červený pro 12 V stejnosměrného napětí. Většina ventilátorů, které využívají regulaci PWM, mají bezpečnostní pojistku, která zajišťuje při chybějícím signálu PWM roztočení na maximální otáčky.



Obrázek 2.8: 4pinový FAN konektor

Tyto dva ventilátory jsou paralelně připojeny k běžnému laboratornímu zdroji stejnosměrného napětí (obr. 2.9) s těmito nastavenými parametry: napětí 12 V, proud 0,5 A.

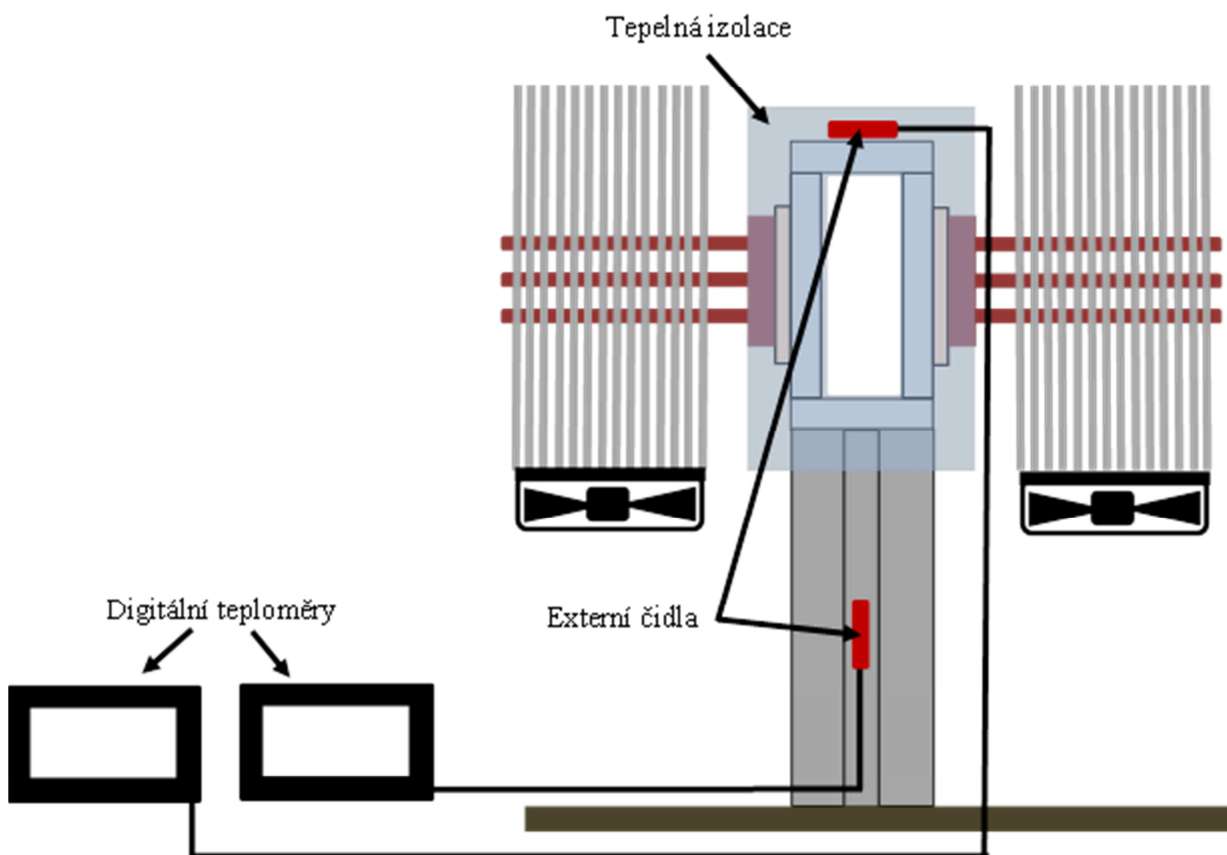


Obrázek 2.9: Zapojení ventilátorů

### 2.2.2 Připojení digitálních teploměrů

Pro zjištění teploty měřených vzorků jsou použity dva digitální teploměry s externím čidlem typu HT-02C (obr. 2.10). U prvního teploměru bylo čidlo zavedené pod izolaci v horní části chladicí komory a pro zvýšení přenosu tepla bylo externí čidlo s chladicí komorou spojeno teplovodní pastou.

Druhý digitální teploměr byl použit pro měření okolní teploty přípravku. Na této měřené hodnotě teploty laboratoře je závislá, také nejnižší dosažitelná teplota u chlazení vzorků. Při stoupající teplotě v laboratoři stoupala i minimální teplota chladicí komory.



Obrázek 2.10: Instalace digitálních teploměrů

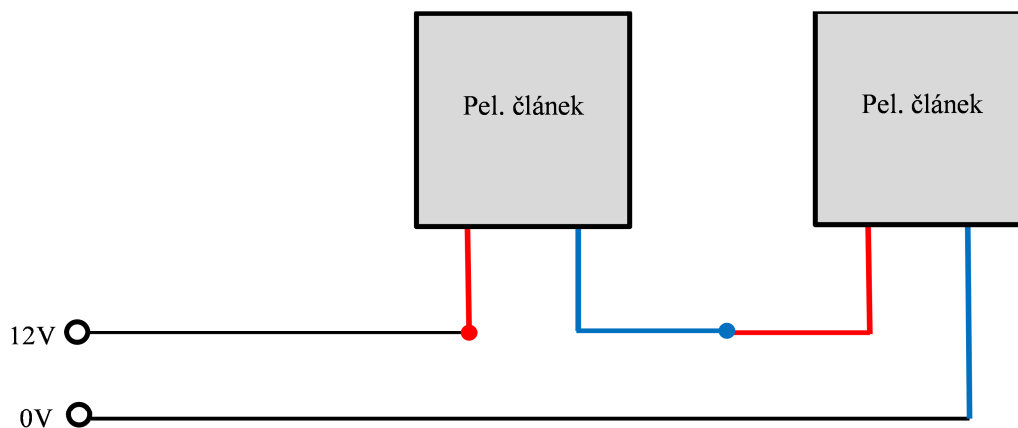
### 2.2.3 Připojení Peltierových článků

Tyto články mají odběr proudu až 10 A, proto jsem pro jejich připojení hledal co nejvýkonnější laboratorní zdroj stejnosměrného napětí. Použil jsem zdroj od firmy BK Precision model 1791. Tento zdroj má regulovatelné napětí do 64 V a maximální proud do 10 A.

Vzhledem k použití dvou Peltierových článků by byl pro mé měření ideální zdroj s maximálním proudem až 20 A. Takovým zdrojem nebyla laboratoř vybavena, proto jsem použil výše uvedený zdroj.

Pro zjištění nejnižší teploty jsem v prvním pokusu připojil Peltierovy články do série a v druhém pokusu paralelně.

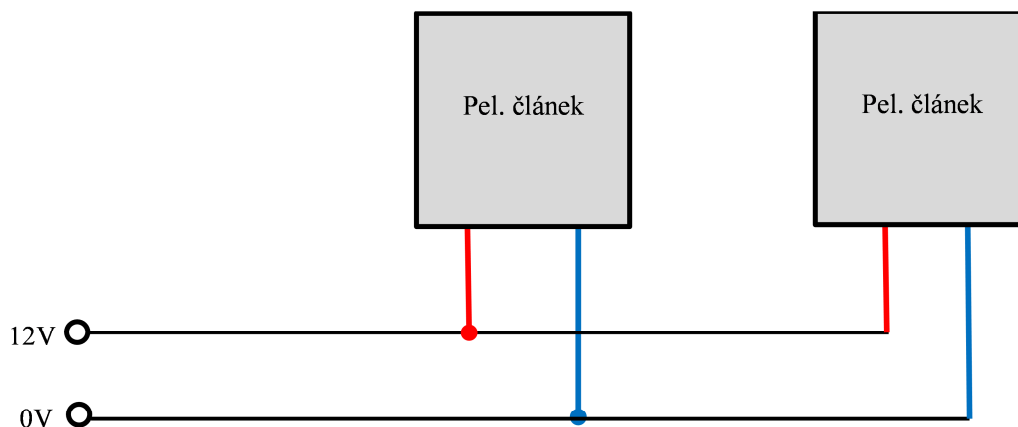
Při sériovém zapojení (obr. 2.11) byly nastaveny tyto hodnoty na zdroji: napětí 30 V, proud 10 A. Nejnižší teplota naměřená na přípravku byla po 30 minutách  $-5,7\text{ }^{\circ}\text{C}$ .



*Obrázek 2.11: Paralelní zapojení Peltierových článků*

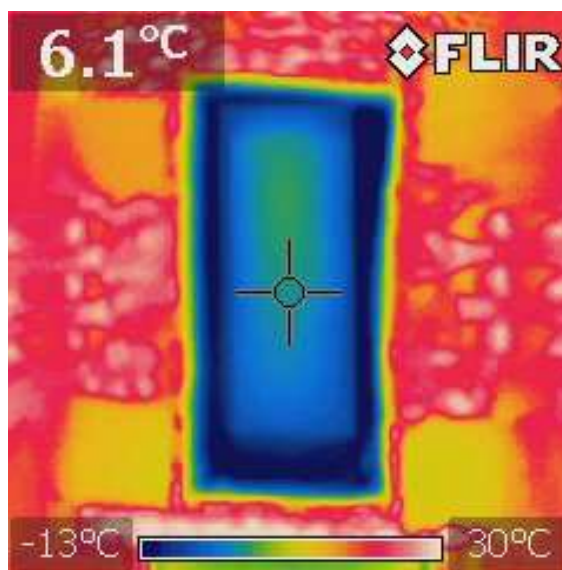
V paralelním zapojení (obr. 2.12) byly použity tyto hodnoty: napětí 15 V, proud 10 A. Nejnižší teplota naměřená po 30 minutách byla  $-12,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Toto zapojení bylo pro daný zdroj účinnější, a proto bylo využito pro následné měření vzorků.





Obrázek 2.12: Sériové zapojení Peltierových článků

Po zprovoznění vytvořeného přípravku jsem veškerá místa, kde docházelo k tepelným únikům, dodatečně zaizoloval technickou pěnou z polyethylenu. Takto zaizolovaný přípravek jsem zkontroloval termokamerou (obr. 2.13). Termokameru jsem chtěl použít také pro kontrolu teploty měřených vzorků, ale jejich povrchové vlastnosti neumožňovaly takovéto snímání teploty. Získané snímky byly zkreslené.



Obrázek 2.13: Snímek chladicí komory z termokamery

#### 2.2.4 Použité komponenty pro oživení a měření přípravku

Dva kusy digitálních teploměrů s externím čidlem

Model: HT-02C

Minimální teplota: -50 °C

Maximální teplota: +110 °C

Přesnost:  $\pm 0,1$  °C

Napájení: baterie LR44

Laboratorní zdroj pro napájení ventilátorů

Výrobce: Diametral

Model: P230R51D

Typ: stejnosměrný zdroj s plynulou regulací

Regulovatelné napětí: 0 – 30 V

Regulovatelný proud: 0 – 4 A

Stabilita regulace:  $\pm 0,2$  %

Regulovatelných výstupů: 2

Laboratorní zdroj pro napájení Peltierových článků

Výrobce: B&K Precision

Model: 1791

Typ: stejnosměrný zdroj s plynulou regulací

Regulovatelné napětí: 0 – 64 V

Regulovatelný proud: 0 – 10 A

Stabilita regulace:  $\pm 0,1$  %

Regulovatelných výstupů: 1

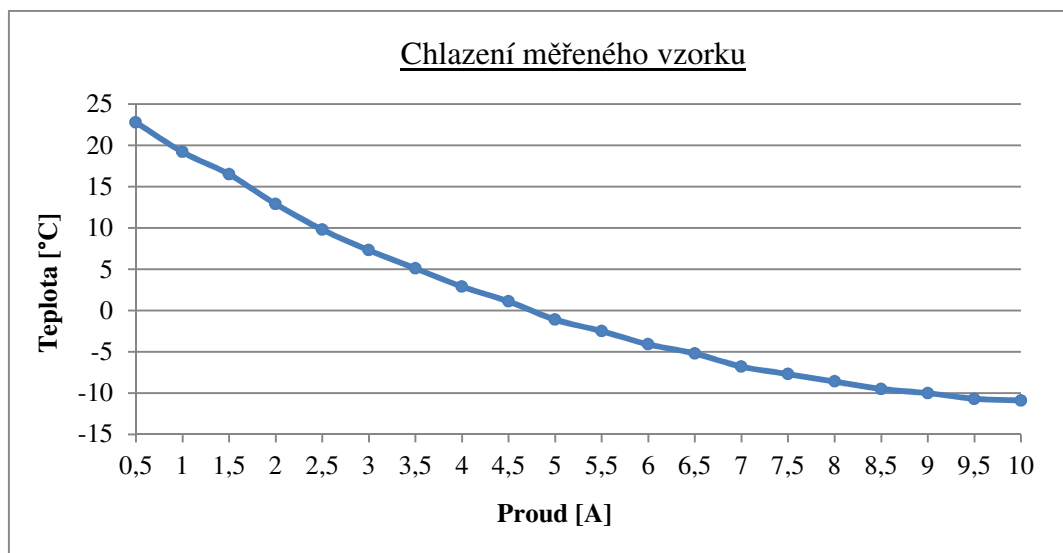
### 2.3 Naměřené hodnoty

Po dokončení přípravku pro regulaci teploty měřeného vzorku jsem se rozhodl jej použít nejen pro chlazení, ale také zahřívání měřeného vzorku.

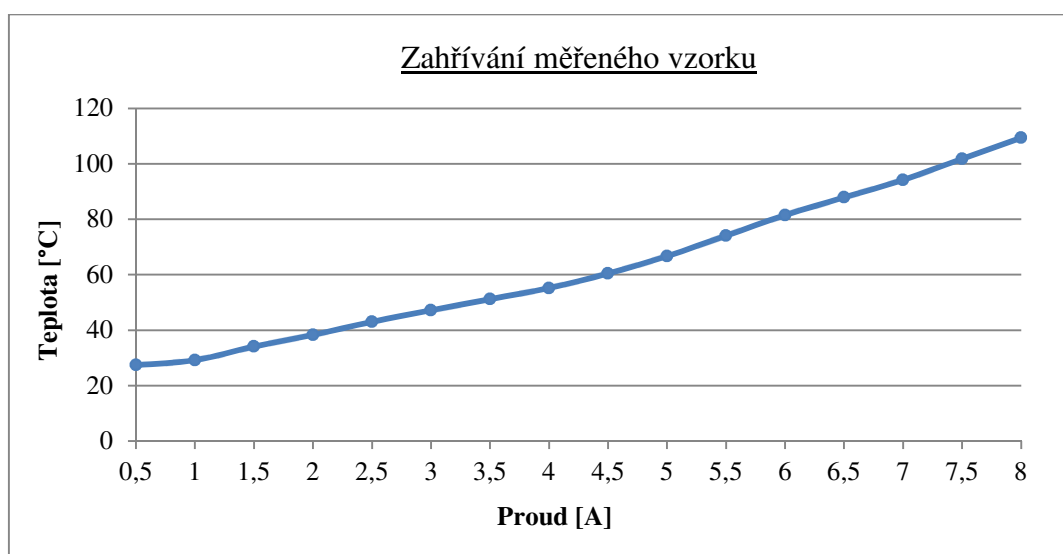
Omezení dané maximální velikostí proudu protékajícího Peltierovými články a okolní teplotou v laboratoři nám zároveň určovalo nejnižší možnou dosaženou teplotu v komoře. Tato skutečnost zabránila možné destrukci nebo poškození vytvořeného přípravku při chlazení. Mohl jsem tak jít bez rizika na nejnižší možnou teplotu. Předané teplo z článků zvládly chladiče svým výkonem odvést.

Pro zahřívání vzorků jsem se rozhodl nepřesáhnout teplotu 100 °C, kvůli možné destrukci konstrukce vytvořeného přípravku, který byl navržen a sestaven hlavně na chlazení.

Níže jsou uvedené teplotní závislosti na proudu procházejícími Peliterovými články pro chlazení (obr. 2.14) a zahřívání (obr. 2.15) měřených vzorků. Zaznamenání této charakteristiky proběhlo při konstantní laboratorní teplotě 25,8 °C.



Obrázek 2.14: Teplotní charakteristika přípravku při chlazení



Obrázek. 2.15: Teplotní charakteristika přípravku při ohřívání

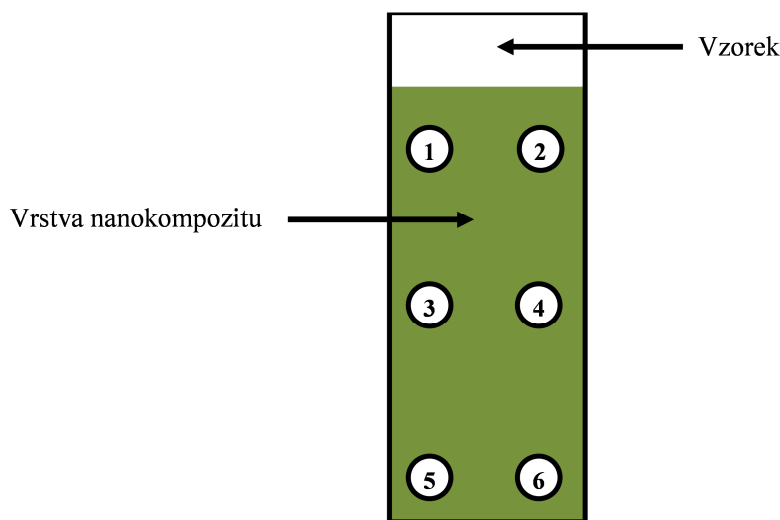
### 3 Měření optických a elektrických vlastností

Dalším úkolem bylo upravit měření optických a elektrických vlastností nanokompozitu. Tato měření vycházejí z diplomové práce Štefana Čambory a bylo potřeba upravit tato měření a implementovat je na mnou vytvořený přípravek pro regulaci teploty měřeného vzorku.

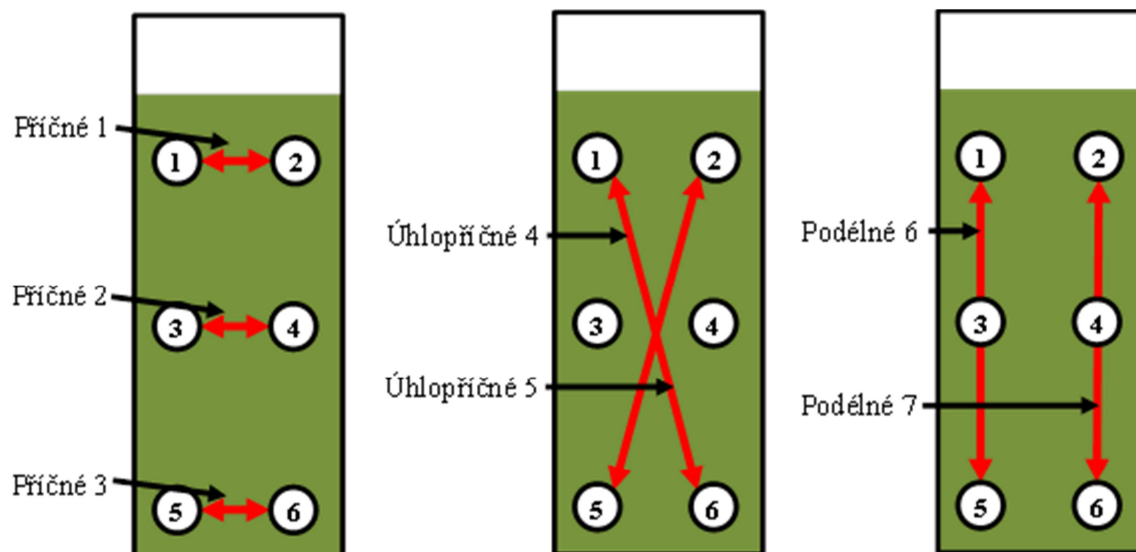
#### 3.1 Měření elektrického odporu

##### 3.1.1 Návrh měření

Pro měření elektrického odporu nanokompozitu bylo nutností určit na vzorku s nanoseným PANI/MMT filmem jednotlivé body, mezi kterými bude probíhat měření odporu. Pro přesnost měření je potřeba, aby byly tyto body pevně umístěny na stejném místě a během měření se neměnily (obr. 3.1). Mezi těmito body probíhalo měření odporu v příčném, podélném a úhlopříčném směru (obr. 3.2).

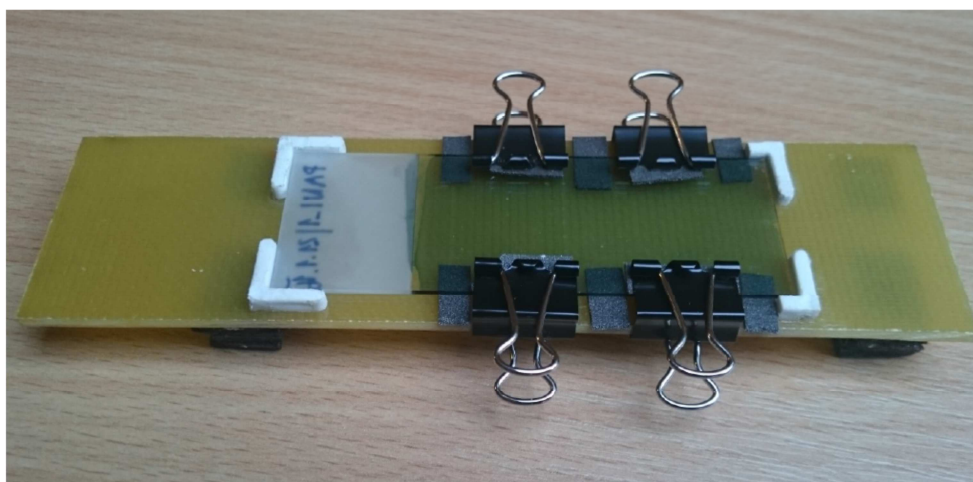


Obrázek 3.1: Rozmístění bodů měření odporu na vzorku



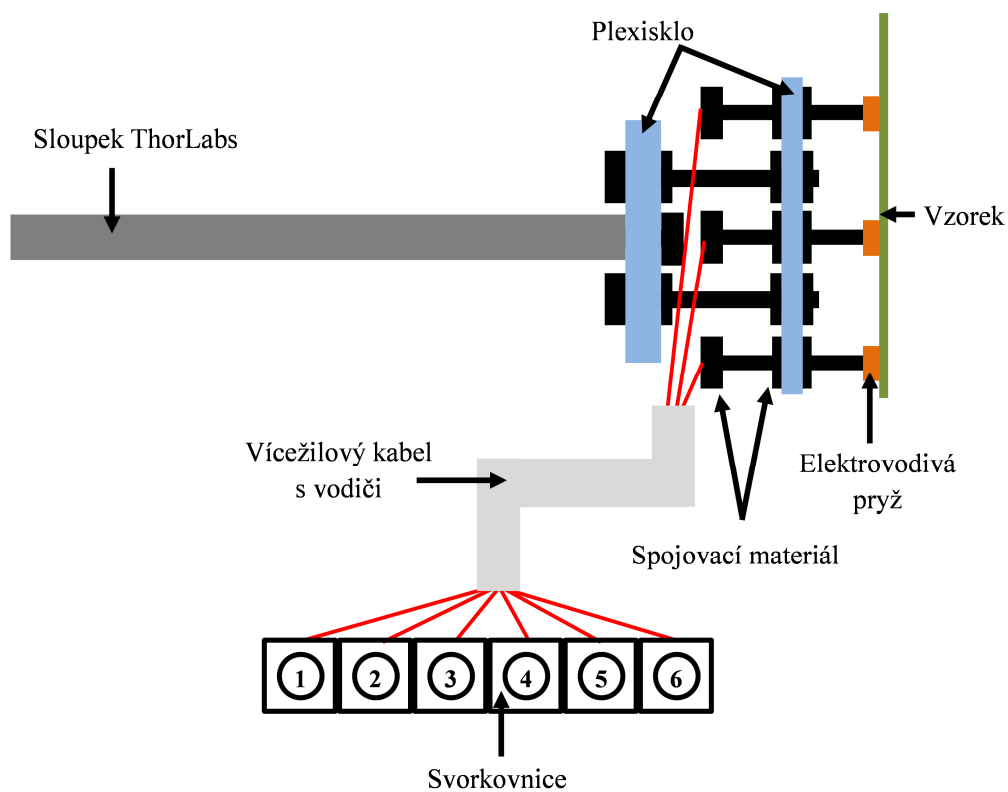
Obrázek 3.2: Měření odporu v příčném, úhlopříčném a podélném směru

Sestrojení přípravku pro měření odporu vychází z předchozí práce Š. Čambory. Zde byla použita destička, na které byla napevno připevněna elektricky vodivá pryž, přes kterou se měřil odpor vždy ve stejném místě (obr. 3.3). [5]

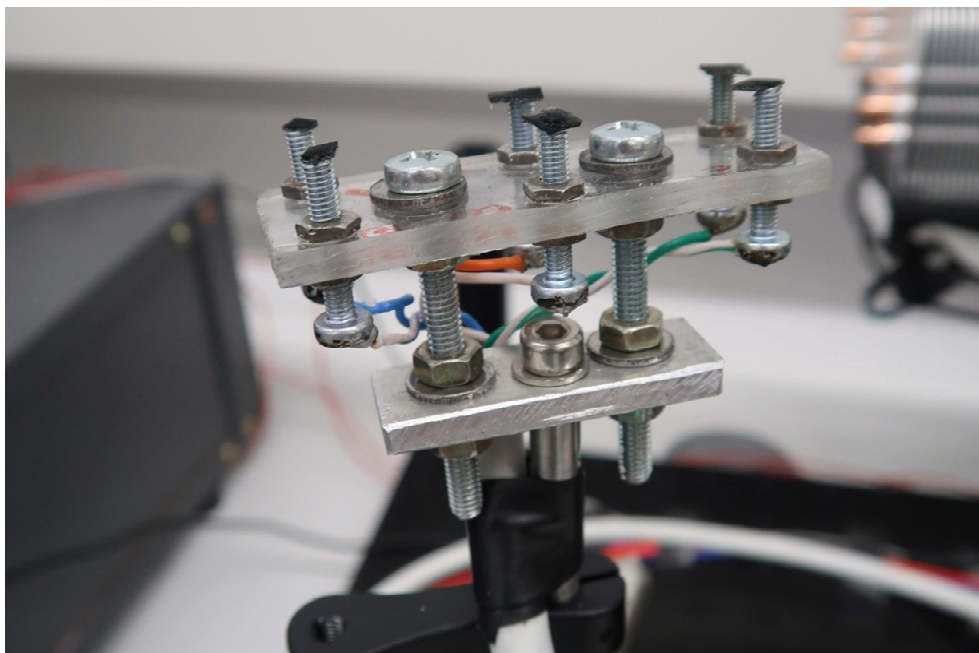


Obrázek. 3.3: Dřívější měření odporu [5]

V mém návrhu jsem destičku z plexiskla zmenšil na velikost vzorku tak, aby šla zasunout do přípravku na regulaci teploty. V této destičce byly v bodech měření instalovány šrouby, na kterých v místě dotyku se vzorkem byla přilepena elektrovedivá pryž. Na druhé straně šroubů napájené vodiče. Ty byly ve vícsvazkovém kabelu ukončeny svorkovnicí, která byla umístěna na stole pro pohodlnější měření odporu (obr. 3.4, obr. 3.5).

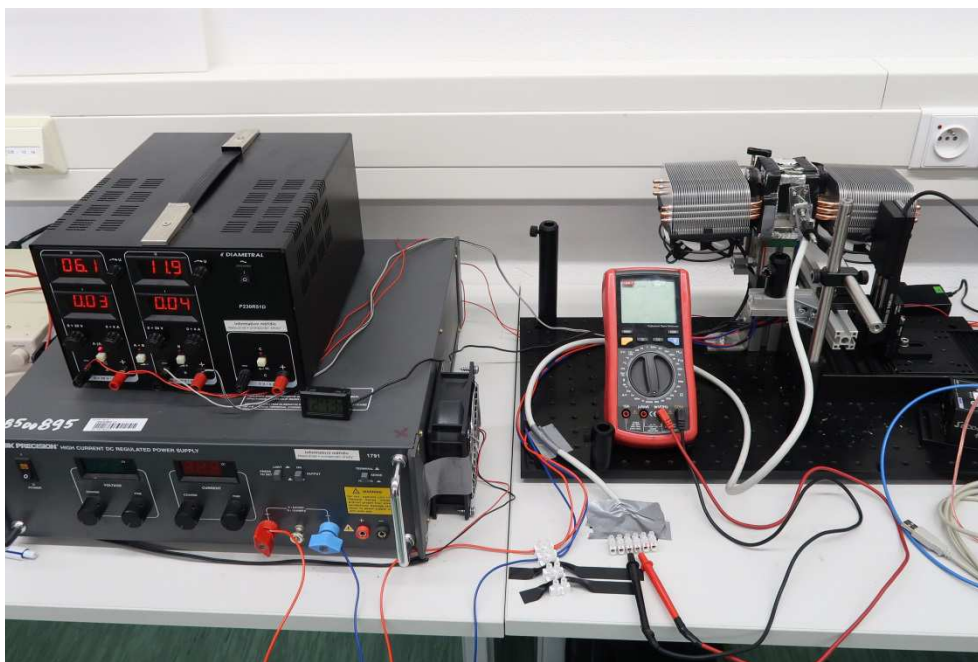


Obrázek 3.4: Schéma přípravku pro měření elektrického odporu



Obrázek 3.5: Detail přípravku pro měření elektrického odporu

Při měření odporu bylo potřeba vyvíjet na styčné plochy mezi vzorkem a elektrovodivou gumou dostatečný tlak. V předchozí práci Š. Čambory to bylo vyřešeno silnými kancelářskými svorkami (obr. 3.3). Já jsem použil výsuvné díly a úhlové spojky od Thorlabs, abych pospojoval zakládající desku s přípravkem pro měření odporu. Při měření jsem lehce napružil tuto sestavu o přípravek pro regulaci teploty a tím jsem zvýšil tlak mezi elektrovodivou pryží a měřeným vzorkem (obr. 3.6). Pro optimální přenos tlaku jsem musel použít ještě jednu destičku z plexiskla a přenést tlak z jednoho bodu na dva (obr. 3.4).



Obrázek 3.6: Sestavené pracoviště pro měření elektrického odporu

Na závěr jsem si proměřil odpor takto sestaveného přípravku na dané sorce a elektrovodivé pryži. Hodnoty odporu se pohybovaly v desetinách ohmu a byly proto zanedbatelné v rámci měření a nemohlo dojít ke zkreslení výsledků pomocí takto vytvořené sestavy.

### 3.1.2 Postup měření

- Do přípravku pro regulaci teploty je vložen měřený vzorek.
- K zakládající desce je upevněn přípravek na měření odporu a poté přitlačen na měřený vzorek.
- Následně proběhne kontrola na svorkovnici, jestli je ve všech bodech měření kontakt a prochází těmito body elektrický proud.
- Zaznamenávají se naměřené hodnoty.
- Nakonec se upraví teplota na měřeném vzorku a měření se může opakovat.



### 3.1.3 Použité komponenty

Elektrovodivá pryž:

Typ: Elektrovodivá silikonová pryž pro elektroniku

Objemová rezistivita:  $0,2 \Omega/\text{cm}$

Tloušťka: 0,5 mm

Materiál: silikonový kaučuk s obsahem Ni-grafitu

Digitální multimetr:

Výrobce: UNI-T

Model: UT70A

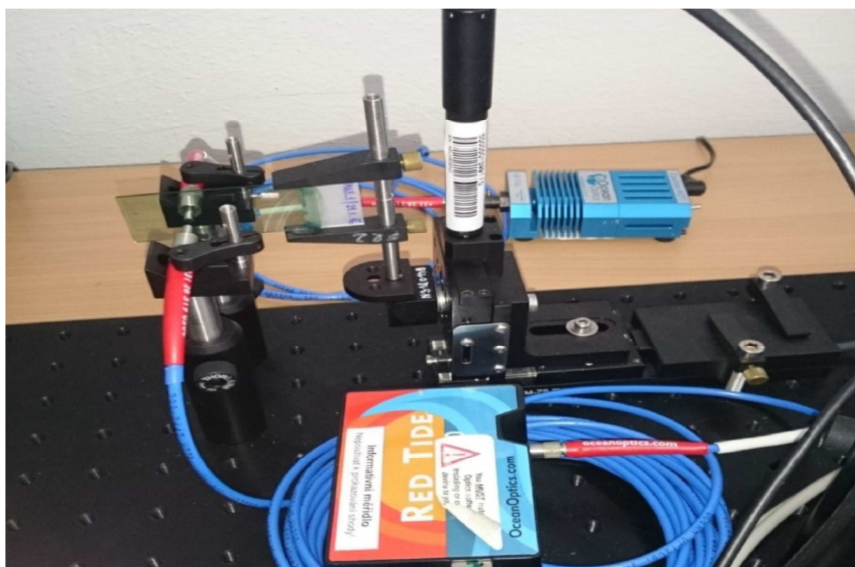
Rozsah měření odporu:  $200 \Omega - 2000 \text{ M}\Omega$

Přesnost měření odporu:  $\pm (0,8 \% + 1 \text{ digit})$

## 3.2 Měření propustnosti světla

### 3.2.1 Návrh měření

V práci Š. Čambory bylo navrženo měření propustnosti světla následujícím způsobem. Vysílač a snímač byly pomocí držáků napevno uchyceny k základní desce. Lineární servomotory pohybovaly pouze měřeným vzorkem skrz průchod světla a během pohybů se zaznamenávala propustnost světla na měřeném vzorku (obr. 3.7). [5]

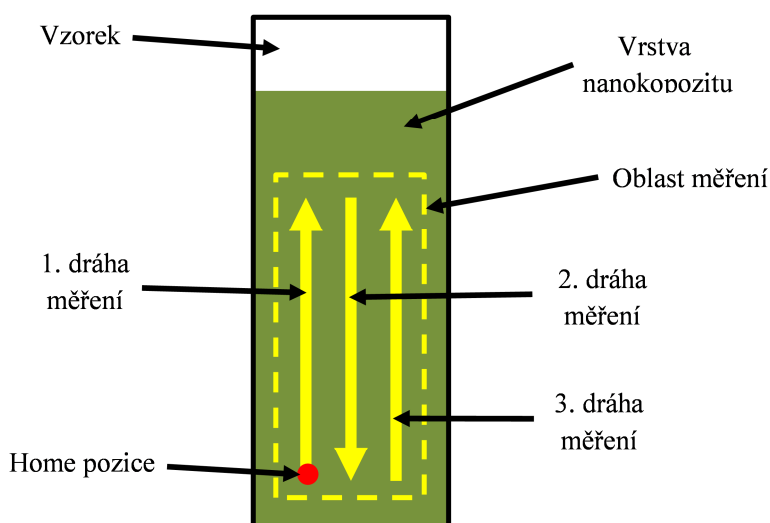


Obrázek 3.7: Měření propustnosti světla z předchozí diplomové práce [5]



U mého řešení by bylo zapotřebí pohybovat celým mnou vytvořeným přípravkem pro regulaci teploty. To by vzhledem ke konstrukci vyžadovalo složitější technické řešení pomocí soustavy servomotorů.

Proto jsem musel pro měření propustnosti vzorku najít jiné řešení. Přípravek pro regulaci teploty zůstane nadále stejně upevněný k základací desce, jak při měření elektrického odporu. Vysílač a snímač nebudou ukotveny na základací desce, ale budou spojeny konzolí, se kterou budou servomotory pohybovat přes měřený vzorek (obr. 3.8). Kvůli mechanickému omezení velikosti servomotoru a konstrukci vytvořeného přípravku nelze měřit vzorek po celé ploše nanoseného nanokompozitu, ale pouze jeho část (obr. 3.8).



Obrázek 3.8: Směr a místo měření propustnosti světla na vzorku

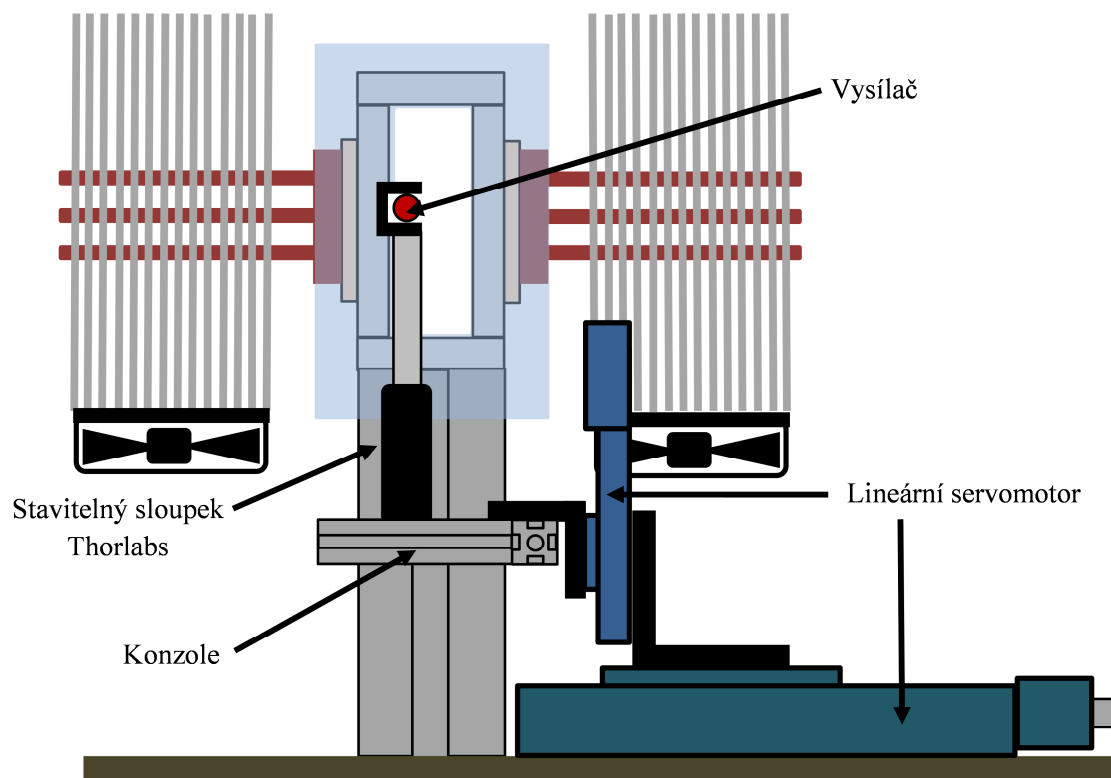
Snímač s vysílačem zůstaly nadále upevněny na výsuvných sloupcích a ty pak byly upevněny do konzole. Ta byla vyrobena z hliníkových profilů o rozměrech 30 x 30 mm. Jejich délka nebyla přesně dána, vzniklé přesahy byly určeny pro doladění správného umístění. Kvůli hmotnosti a bočnímu namáhání této konzole jsem použil výkonnější servomotory.

Z původního řešení jsem použil pouze výkonnější lineární servomotor, který pohyboval vzorkem ve vodorovném směru. V mém řešení tento servomotor obsluhoval pohyb s konzolí ve vertikálním směru. Pro pohyb ve vodorovném směru jsem využil velkého lineárního servomotoru, který byl aplikován pro měření odrazivosti (obr. 3.9, obr. 3.10).

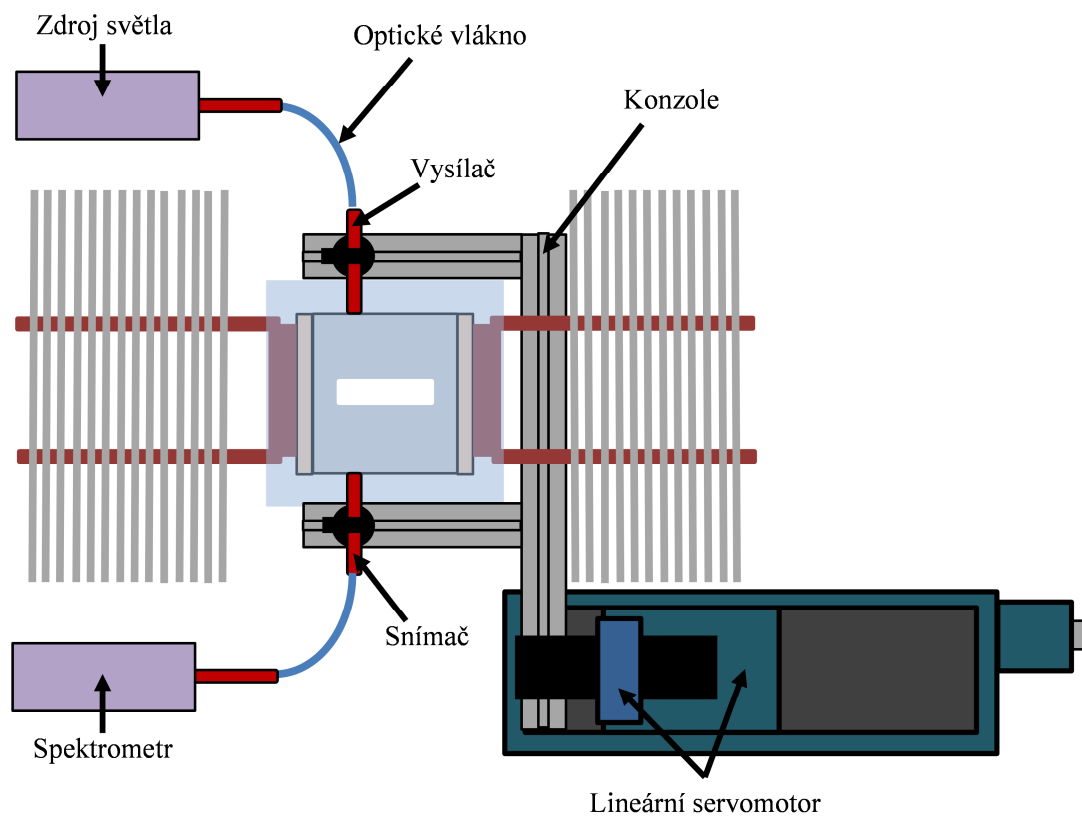
Zdrojem bílého světla byla halogenová žárovka, ze které bylo světlo přivedeno na vysílač optickým vláknem. Tento vysílač byl uchycený na konzoli. Naproti vysílači uchyceného na konzoli, byl připevněn snímač. Z něj se světlo přenášelo optickým vláknem do spektrometru (obr. 3.10). Tento spektrometr byl připojen pomocí USB kabelu k počítači a v něm probíhalo vyhodnocení propustnosti.

Ovládání pohybu bylo zajištěno servomotory, které byly propojeny s kontrolery. Tato komunikace s PC byla také prostřednictvím USB.

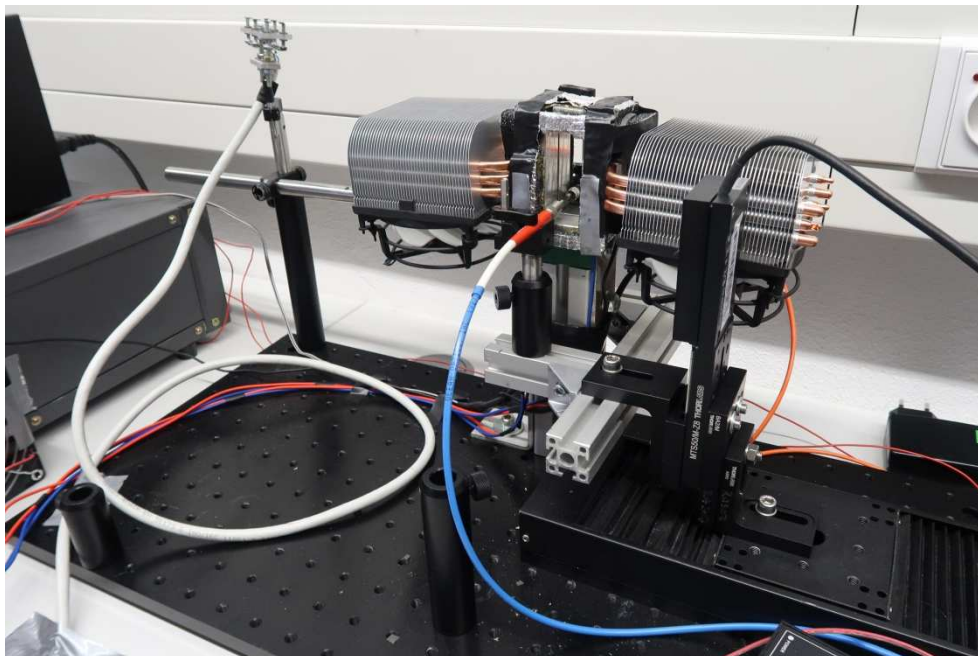
U takto sestaveného pracoviště (obr. 3.11) nebylo složité měnit měření elektrického odporu a propustnosti světla. Stačilo vysunout stavitelný sloupek se snímačem a tím se uvolnilo místo pro přípravek na měření odporu.



Obrázek 3.9: Přední pohled na pracoviště pro měření propustnosti světla



Obrázek 3.10: Horní pohled na pracoviště pro měření propustnosti světla



Obrázek 3.11: Sestavené pracoviště pro měření propustnosti světla

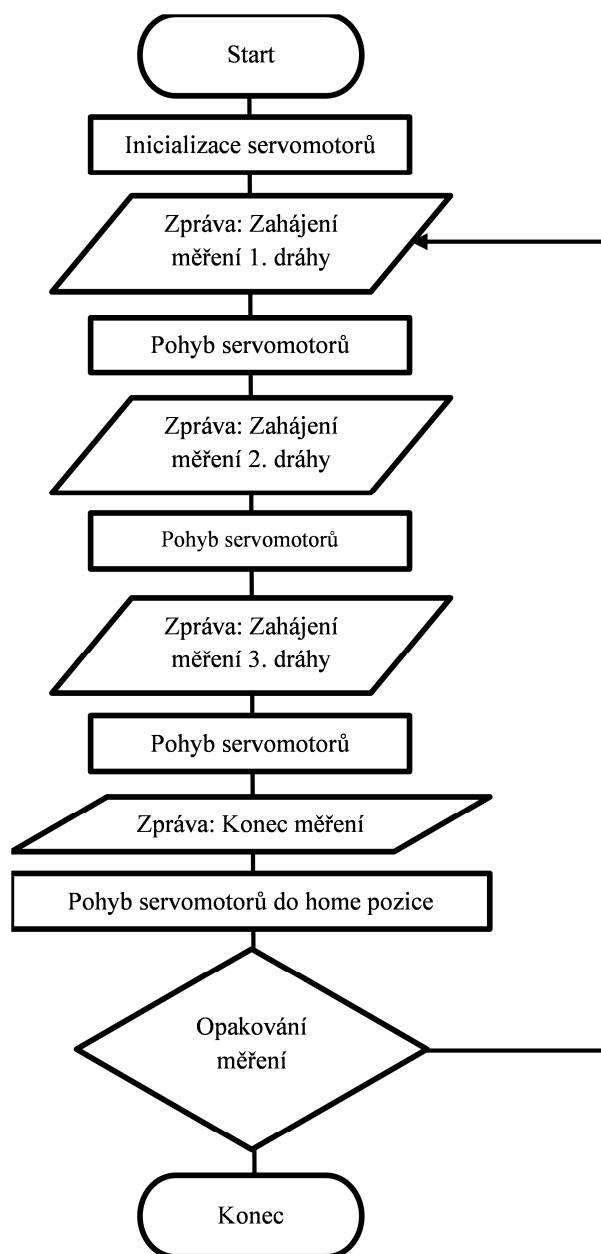
### 3.2.2 Program pro ovládání servomotorů

Ovládání servomotoru bylo řízeno z počítače pomocí softwaru LabVIEW. V této aplikaci pro měření propustnosti zajišťoval program pouze pohyb servomotoru. Sběr dat ze spektrometru byl zpracováván programem Safibra Das 2.0. Mezi uvedenými programy nebyla vytvořena komunikace. Proto jsem u naprogramování této aplikace využíval, aby byl uživatel informován, kdy má spouštět měření ze spektrometru.

V programu LabVIEW je na hlavní obrazovce vstupní pole pro zadání sériových čísel kontroleru a ruční ovládání ze servomotorů z programu (obr. 3.12). Parametry pro pohyb byly definovány v kódu programu. Vývojový diagram této aplikace je na obr. 3.13, celý kód aplikace je v příloze A.



Obrázek 3.12: Hlavní obrazovka programu LabVIEW pro měření propustnosti



Obrázek 3.13: Vývojový diagram pro aplikaci na měření propustnosti

### 3.2.3 Postup měření

- Příprava pracoviště včetně zapojení kontrolerů od servomotorů a spektrometr s připojením k PC.
- Spuštění programu APC Config, kde se načtou kontrolery a následně přiřadí dané servomotory.

- V programu LabVIEW se spustí aplikace pro měření propustnosti. Na hlavní obrazovce se do příslušných polí zadají sériová čísla kontrolerů.
- Pro měření světelného spektra se spustí program Safibra DAS 2.0
  - Ruční nastavení vysílače a přijímače světla tak, aby byl co největší zisk procházejícího světla. Z něj se uloží referenční hodnoty.
  - Pro nastavení logování do souboru bude zvolen interval 1 sekunda. Při této rychlosti se na jednu dráhu naloguje cca 60 – 65 vzorků.
- Pro nastavenou teplotu na přípravku pro regulaci teploty spustíme aplikaci v LabVIEW a podle zpráv z aplikace spouštíme a ukončujeme sběr vzorků ze spektrometru. Tento bod opakujeme pro další měření.

### 3.2.4 Použité komponenty

Horizontální posuv:

Výrobce: Thorlabs  
Model: NRT 150 Enc Stage 150mm  
Typ: lineární pohon v délce 150mm  
Kontroler s.č.: 80820453

Vertikální posuv:

Výrobce: Thorlabs  
Model: MTS50/M-Z8  
Typ: lineární pohon v délce 50mm  
Kontroler s.č.: 83820778

Zdroj světla:

Výrobce: Ocean Optics  
Typ: LS-1-LL  
Zářič: halogenová žárovka  
Vlnová délka: 360 – 2000 nm  
Výkon: 6,5 W  
Napájení: 12 DCV  
Konektor: SMA 905

Spektrometr:

Výrobce: Ocean Optics  
Typ: USB560 Red Tide Spectrometers  
Vlnová délka: 350 – 1000 nm  
Snímač: CCD

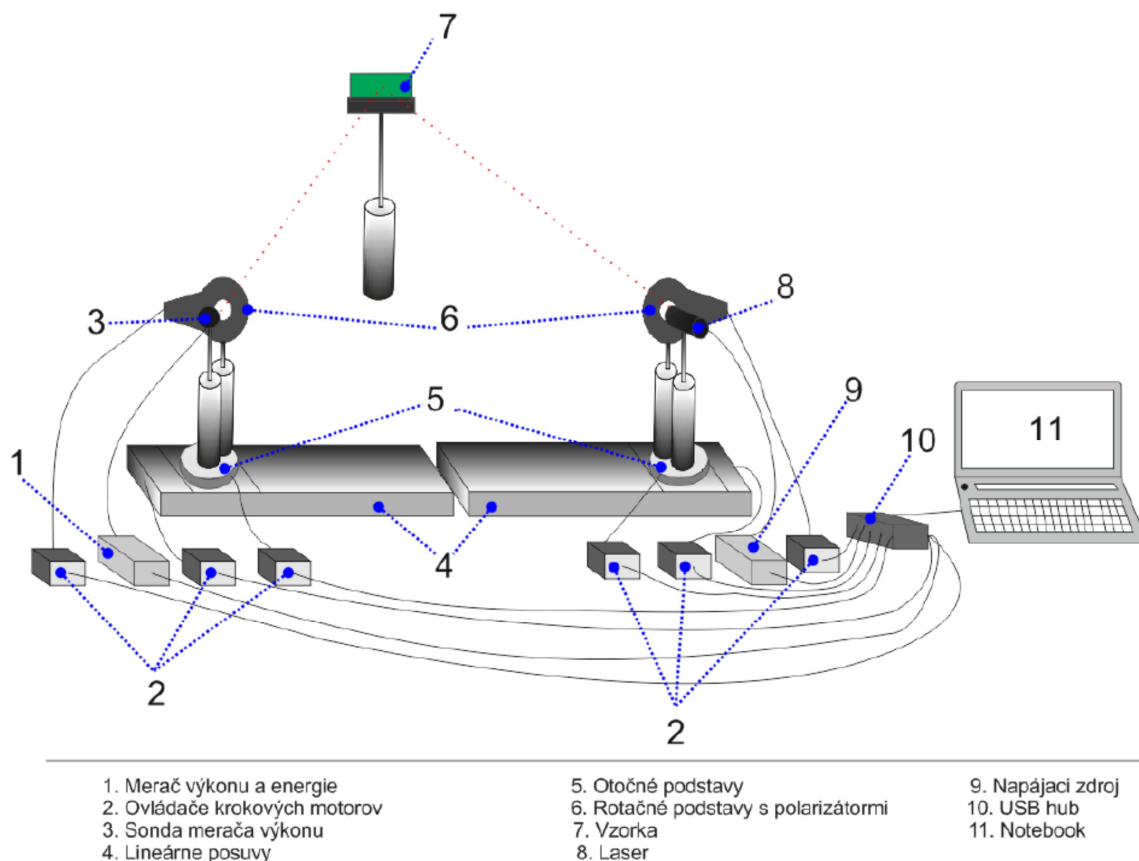
A/D převodník: 12 bit  
Integrační čas: 3 ms – 65 s  
Komunikace: USB  
Konektor: SMA 905

### 3.3 Měření optické odrazivosti

#### 3.3.1 Návrh měření

Pracoviště pro měření odrazivosti opět vychází z diplomové práce Š. Čambory. Ovšem toto měření odrazivosti se nedalo naimplementovat na přípravek pro regulaci teploty vzorku.

Systém popsany Š. Čamborou pro měření odrazivosti pracuje následujícím způsobem. Laserový paprsek je veden přes polarizační filtr a následně je odražen od vzorku a snímán přes další polarizační filtr. V průběhu měření se mění natočení polarizačního filtru na detektoru, tím se snímá změna polarizačního úhlu. Také dochází ke změně velikosti dopadajícího úhlu laserového světla na vzorek. Tato měření nejsou jen v jednom bodě, ale posunují se po celé délce měřeného vzorku (obr. 3.14). [5]

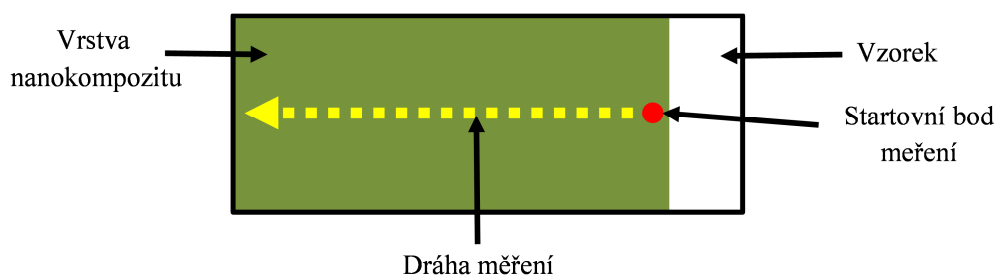


Obrázek 3.14: Schéma měření odrazivosti v Čamborově diplomové práci [5]

Pro mé měření jsem musel provést změny v sestavě, protože jeden lineární posuv jsem použil pro měření propustnosti. Kvůli odstranění tohoto posuvu jsem upevnil sestavu servomotorů od zdroje záření a detektoru na společnou podstavu. Na tu jsem použil hliníkový profil 50 mm x 50 mm x 500 mm.

Následkem této změny už nešel měnit uhel dopadu a odrazu světla na měřený vzorek, pouze zůstalo zachováno měření polarizačního úhlu a měření intenzity odraženého světla.

Měření odrazivosti neprobíhalo po celé ploše vzorku, ale pouze podélně ve středu vzorku. Na délku jednoho vzorku bylo vyhodnoceno 14 záznamů (obr. 3.15).

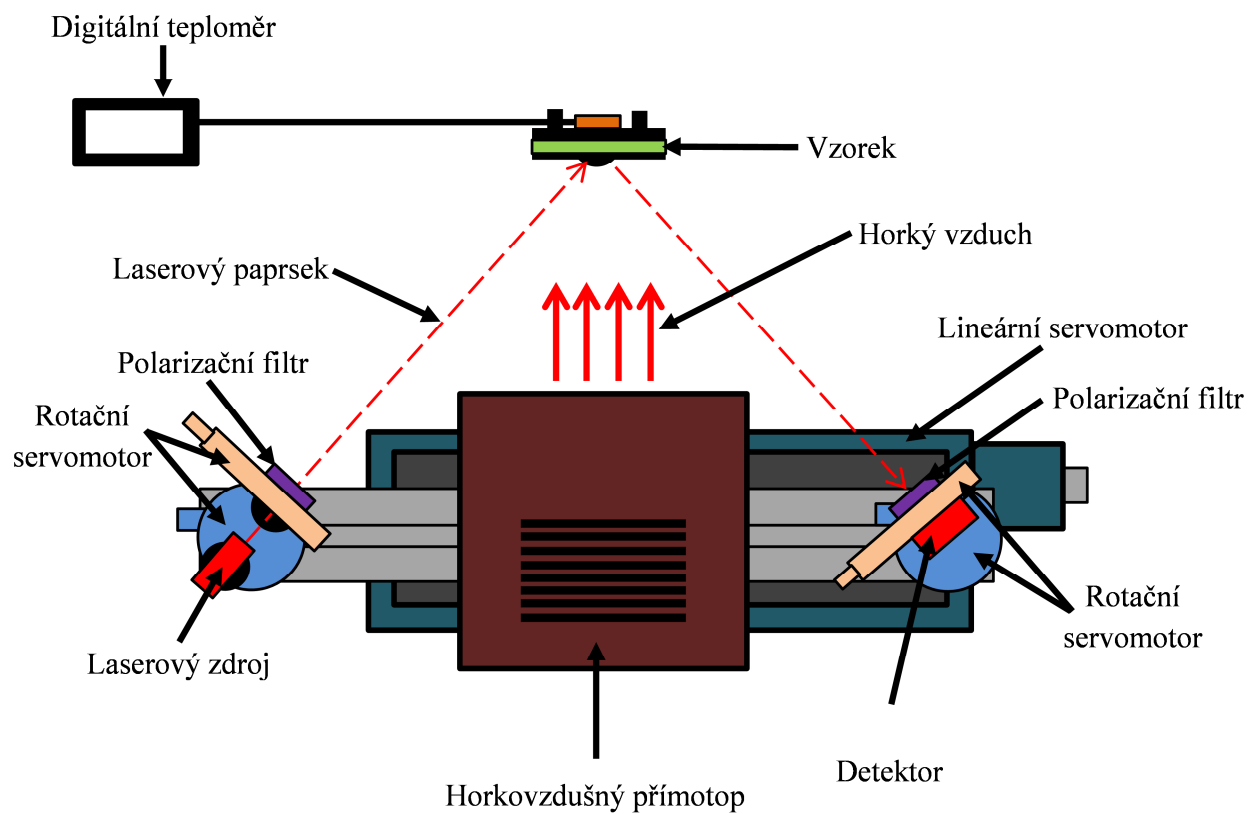


Obrázek 3.15: Směr měření odrazivosti světla

Mnou sestavené pracoviště fungovalo na principu, kdy na začátku laserový paprsek svítil přes nastavené polarizační filtry do detektoru. Natočení filtrů bylo nastavené na maximum. Poté se laser a detektor natočily o daný úhel na vzorek a začaly vyhodnocovat odražené světlo. Pro každé měřené místo na vzorku se polarizační filtr na detektoru otočil o 360°. Při otáčení se snímalo dopadající světlo a záznam s největší dopadající intenzitou pro úhel natočení filtru byl uložen. Následně se podstava s laserem a detektorem posunula o danou délku dál a měření se opakovalo.

Tato měření probíhala v pokojové teplotě, a pak také při zahřívání vzorku. To bylo vyřešeno horkovzdušným přímotopem s vlastním termostatem. Teplota ohřívání vzorku byla snímána digitálním teploměrem s externím čidlem (obr. 3.16, obr. 3.17).





Obrázek 3.16: Schéma pracoviště pro měření odrazivosti světla



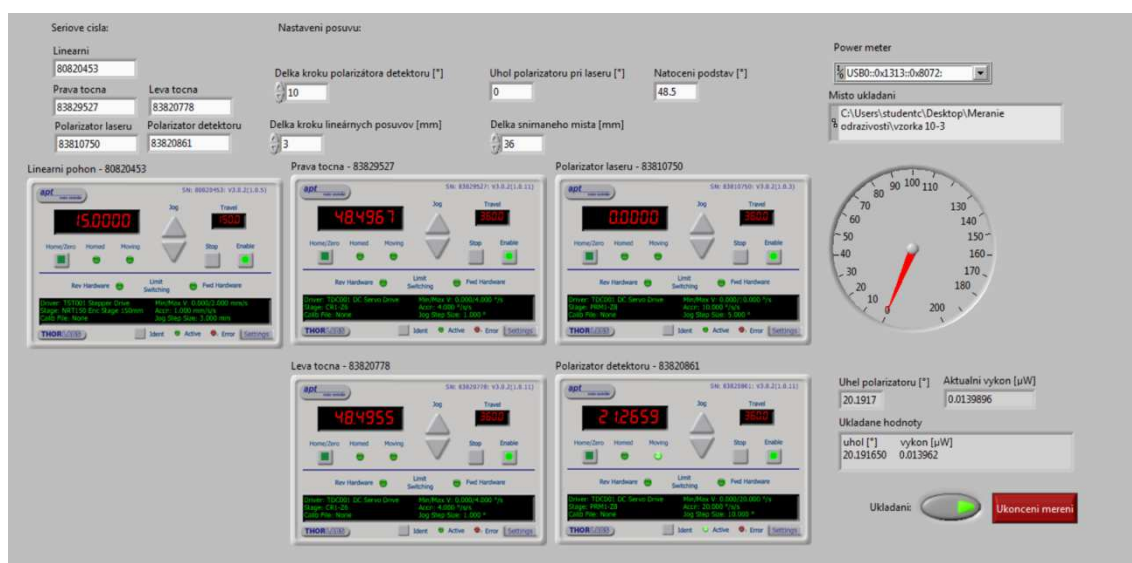
Obrázek 3.17: Sestavené pracoviště pro měření odrazivosti světla

### 3.3.2 Program pro ovládání měření

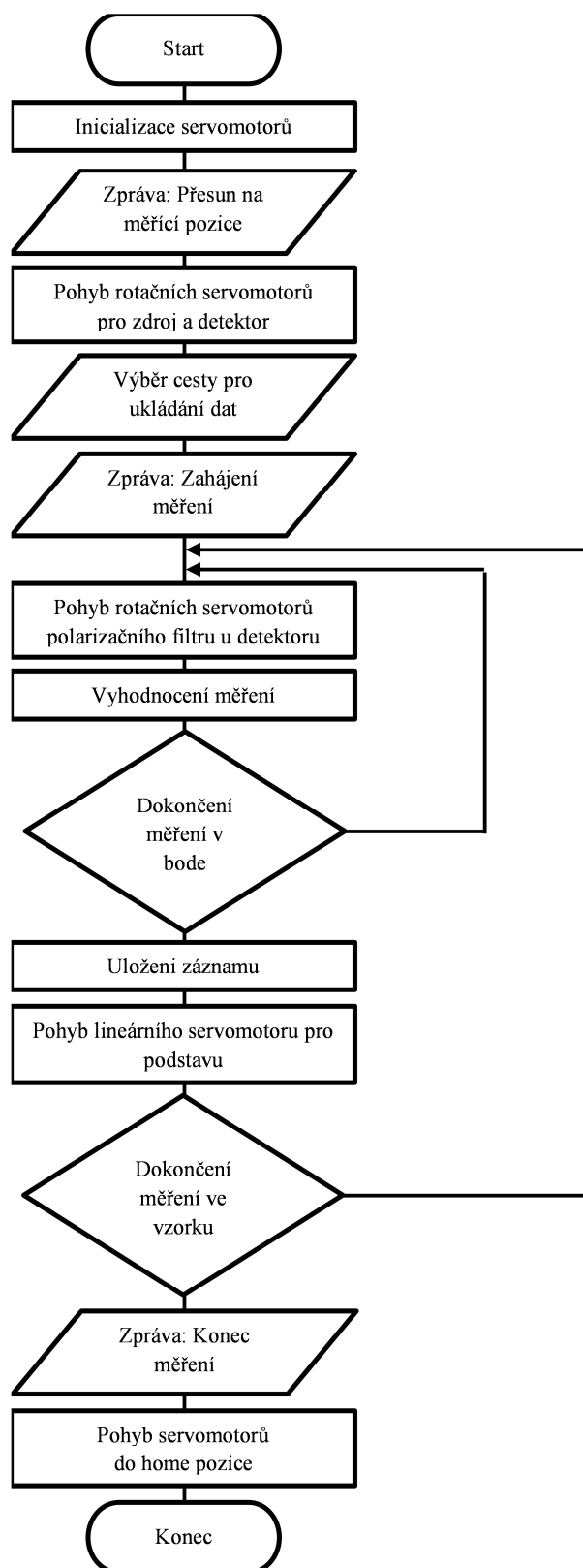
V programu LabVIEW byla opět vytvořena aplikace pro měření odrazivosti. Tato aplikace ovládala kompletní měření, a tak v průběhu nebylo potřeba provádět jakékoliv ruční zásahy. Nutné bylo pouze nastavení teploty na horkovzdušném přímotopu při ohřívání vzorku.

Na hlavní obrazovce jsou zobrazeny moduly pro ovládání servomotorů, dále wattmetr pro zobrazení intenzity dopadajícího světla a také záznam z ukládaných hodnot (obr. 3.18).

Vývojový diagram této aplikace je na obrázku 3.19 a její celé zobrazení je v příloze B.



Obrázek 3.18: Hlavní obrazovka pro měření odrazivosti světla



Obrázek 3.19: Vývojový diagram programu LabVIEW pro měření odrazivosti

### 3.3.3 Postup měření

- V připraveném pracovišti připojíme k servomotorům kontrolery a ty následně propojíme s PC.
- Zdroj laserového záření zapojíme k laboratornímu zdroji stejnosměrného napětí a zvolíme výrobcem dané parametry.
- Detektor připojíme k vyhodnocovací jednotce, pomocí USB kabelu k PC.
- V programu APC Config načteme kontrolery a k nim přiřadíme servomotory.
- V ručním ovládání následně nastavíme servomotory:
  - Rotační servomotory se zdrojem a detektorem natočíme proti sobě, aby paprsek mířil do detektoru.
  - Odstraníme polarizační filtr z detektoru a natočíme polarizační filtr na zdroj na maximální výkon.
  - Připevníme zpátky polarizační filtr a natočíme jej také na maximální výkon.
  - Restartujeme kontrolery.
- V programu LabVIEW spustíme aplikaci pro měření odrazivosti a navolíme parametry pro snímání.
- Po natočení servomotorů do měřicí pozice zkontrolujeme, jestli se paprsek odráží do detektoru, případně upravíme polohu vzorku.
- Jestli ohříváme vzorek, tak nastavíme horkovzdušný přímotop na danou teplotu.
- Aplikace přeměří celý vzorek.

### 3.3.4 Použité komponenty

Lineární servomotor:

Výrobce: Thorlabs  
Model: NRT 150 Enc Stage 150 mm  
Typ: lineární pohon v délce 150 mm  
Kontroler s. č.: 80820460

Rotační servomotor pro zdroj a detektor:

Výrobce: Thorlabs  
Model: CR1-Z6  
Typ: rotační pohon v rozsahu 360°  
Kontroler s. č.: 83820778 (zdroj), 83829527 (detektor)

Rotační servomotor pro polarizační filtr na zdroji a detektoru:

Výrobce: Thorlabs  
Model: PRM1-Z8  
Typ: rotační pohon v rozsahu 360°

Kontroler s. č.: 83810750 (zdroj), 83820861 (detektor)

Zdroj laserového světla:

Typ: Laserová dioda s optikou

Vlnová délka: 650 nm

Typ paprsku: kulatý 4 mm

Výkon: 4 mW

Napětí: 3 DCV

Proud: 35 mA

Detektor:

Výrobce: Thorlabs

Snímač: S120VC

Šířka pásma: 200 – 1100 nm

Maximální snímaný výkon: 50 mW

Řídící jednotka: PM100USB

Připojení k PC: USB

## 4 Naměřené výsledky

Veškerá zaznamenaná data a z nich zpracované výsledky měření jsou součástí digitální přílohy této diplomové práce.

### 4.1 Elektrický odpor

#### 4.1.1 Četnost měření

Pro vyhodnocení měření bylo potřeba provést více měření v rámci delšího časového rozestupu (měření elektrického odporu probíhalo od ledna do dubna). V první fázi se měřilo pomocí krokosvorek a bylo změřeno šest sérií všech vzorků. V druhé fázi bylo provedeno měření tří sérií pomocí přípravku měření odporu.

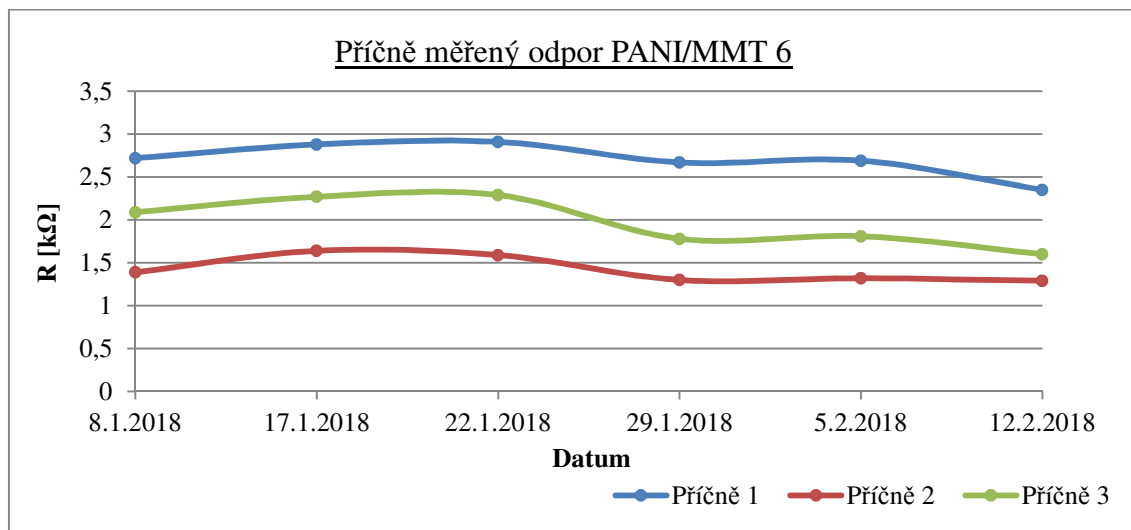
Při chlazení vzorků byly změřeny všechny vzorky ve třech sériích. Kvůli časové náročnosti byla provedena tříhodinová zátěž chlazením při minimální teplotě, a to pouze na dvou vzorcích.

U ohřívání vzorků byl předpoklad, že tyto vzorky budou teplem zničeny, a proto byly změřeny pouze dva vzorky, které byly zároveň vystaveny tříhodinové zátěži o maximální teplotě.

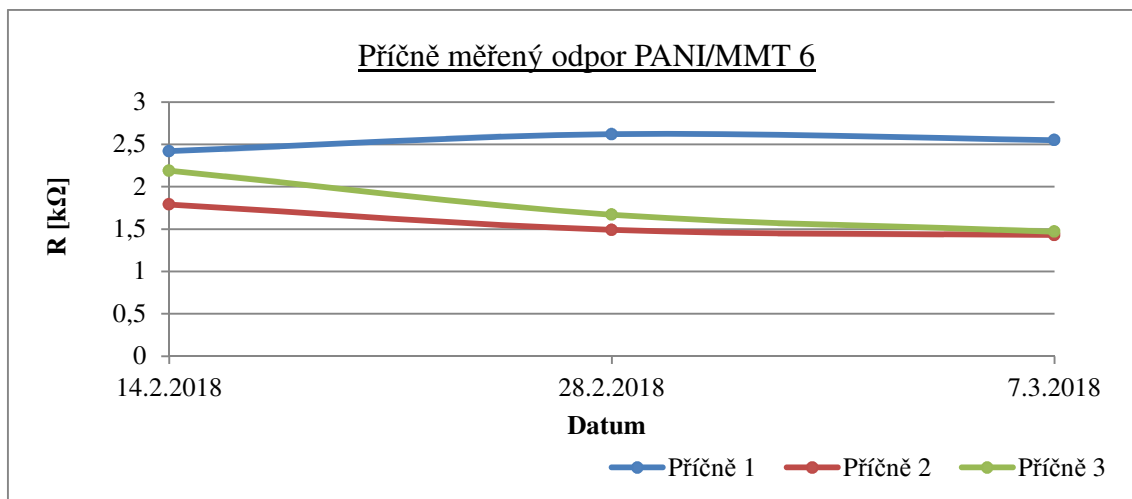
#### 4.1.2 Stabilita měření v čase

Získané hodnoty nebyly naměřeny stejnými postupy, a proto nejsou zahrnuty do jednoho grafu (obr. 4.1, obr. 4.2).

Jako příklad je zde zobrazen vzorek PANI/MMT 6 s měřením odporu v příčném směru (obr. 4.1, obr. 4.2).



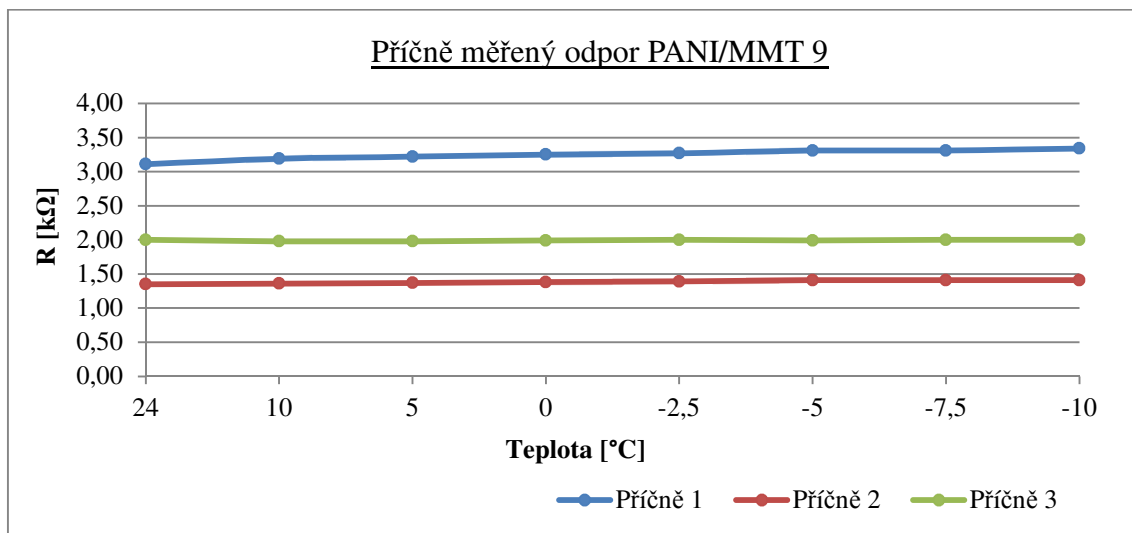
Obrázek 4.1: Graf příčného měření odporu pro vzorek PANI/MMT 6 - pomocí krokosvorek



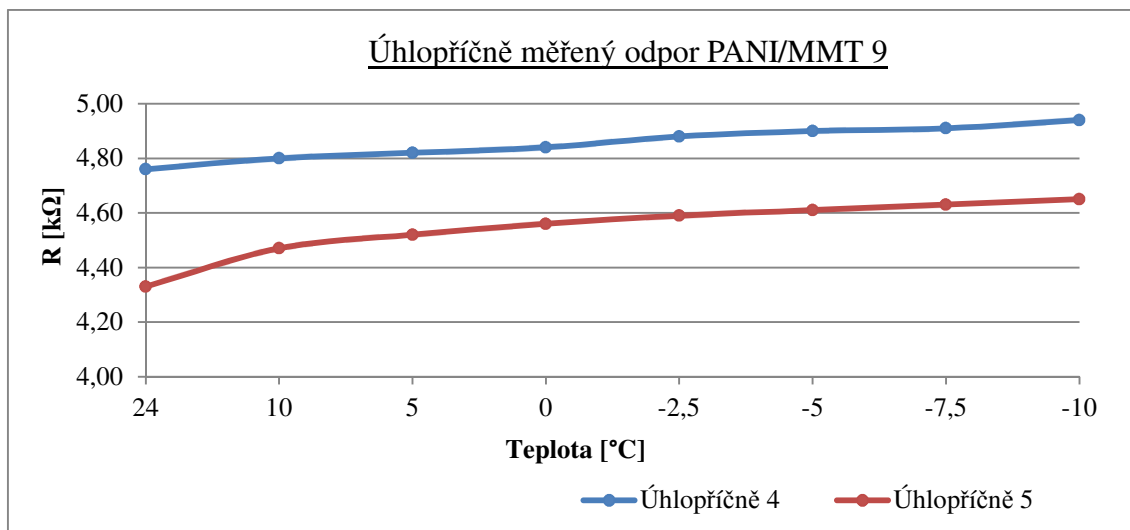
Obrázek 4.2: Graf příčného měření odporu pro vzorek PANI/MMT 6 - pomocí přípravku

#### 4.1.3 Měření při chlazení

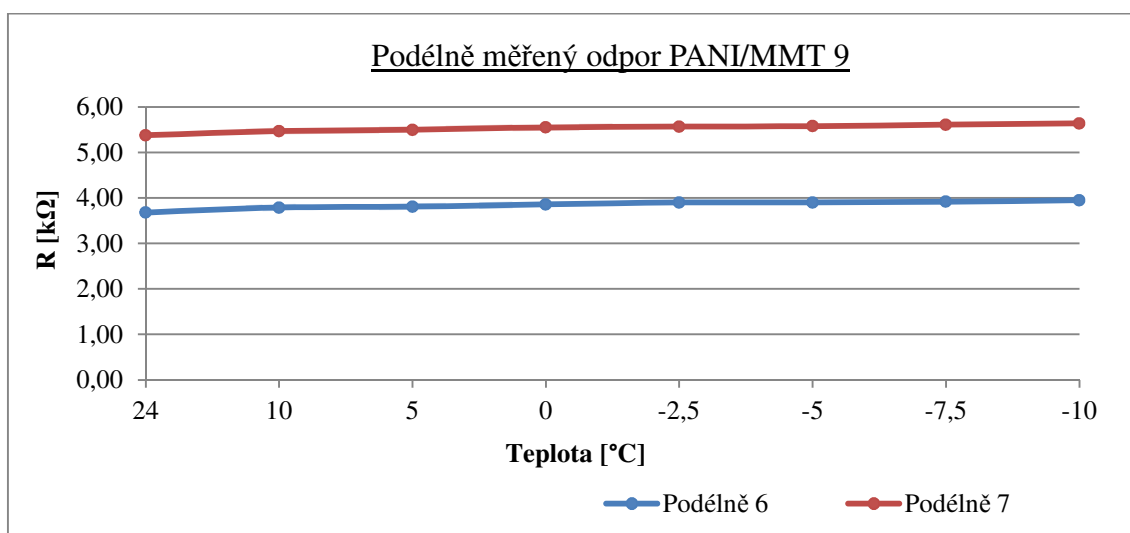
Měření odporu při chlazení vzorku probíhalo v rozmezí teplot od 24 °C do -10 °C. Při každé změně teploty bylo nutné vyčkat pět minut kvůli přenosu tepla na měřený vzorek. Jako příklad chlazení je vybrán vzorek PANI/MMT 9, kde je zobrazeno měření odporu ve všech směrech (obr. 4.3, obr. 4.4, obr. 4.5).



Obrázek 4.3: Graf příčného měření odporu pro vzorek PANI/MMT 9 - chlazení



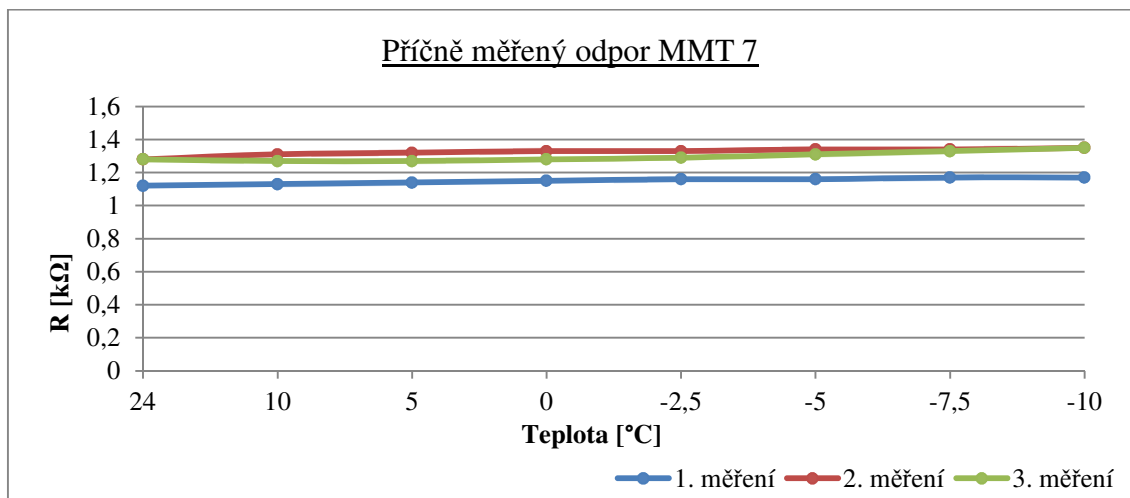
Obrázek 4.4: Graf úhlopříčného měření odporu pro vzorek PANI/MMT 9 - chlazení



Obrázek 4.5: Graf podélného měření odporu pro vzorek PANI/MMT 9 - chlazení



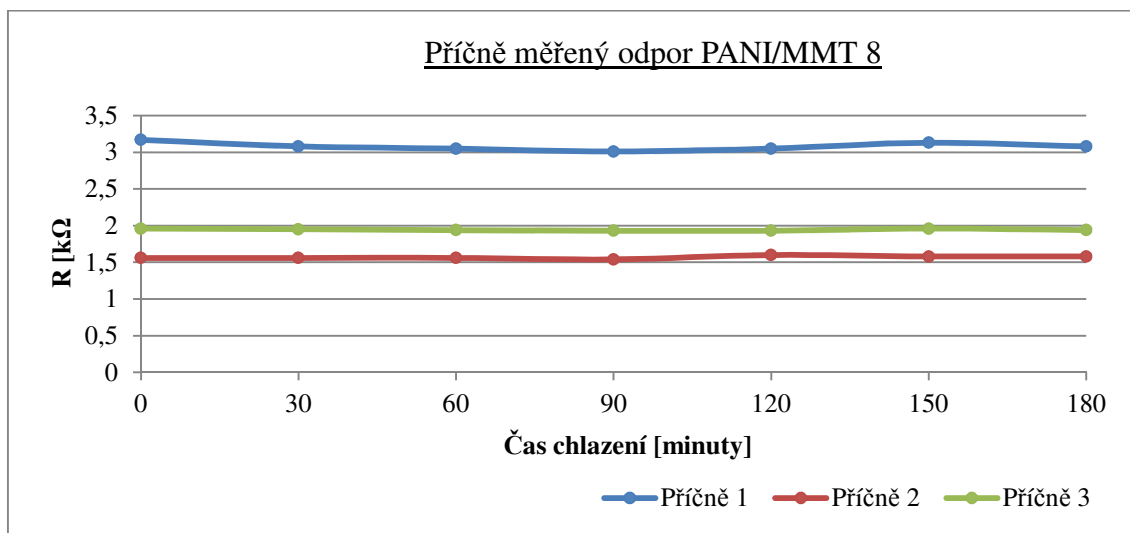
Na obrázku 4.6 je zobrazen vzorek PANI/MMT 7 při chlazení ve čtyřech měřeních. Tato měření probíhala od poloviny února do poloviny března 2018.



Obrázek 4.6: Graf odporu příčné 1 pro vzorek PANI/MMT 7 - chlazení v rámci čtyř měření

#### 4.1.4 Měření při chlazení po dobu 180 minut

Dalším měřením odporu byly zkoumány změny měřeného vzorku při chlazení minimální teplotou po dobu tří hodin. Pro příklad je vybrán vzorek PANI/MMT 8 (obr. 4.6).

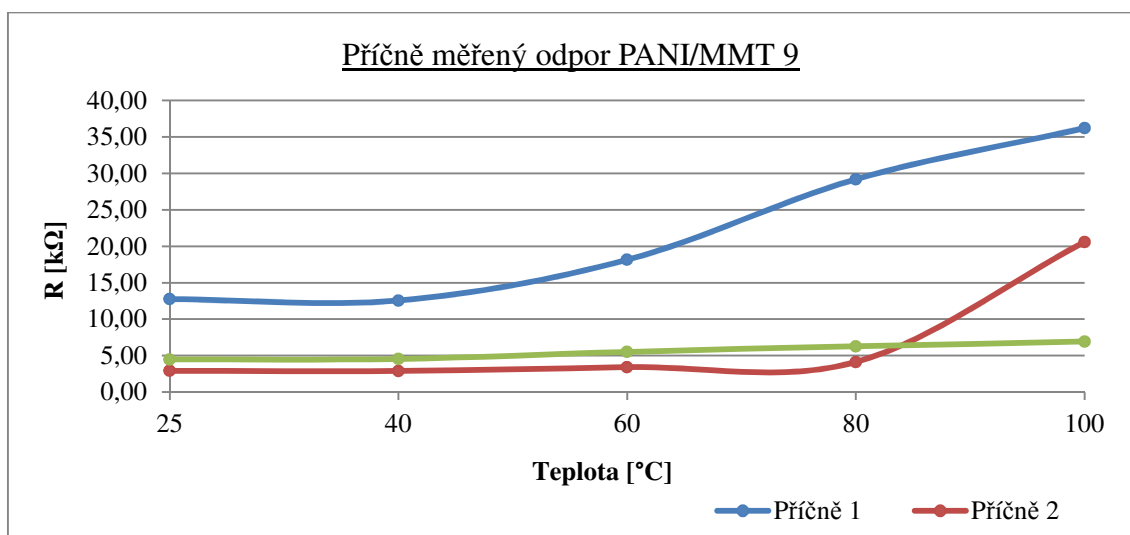


Obrázek 4.6: Graf příčného měření odporu pro vzorek PANI/MMT 8 - chlazení na -10 °C po dobu 180 minut

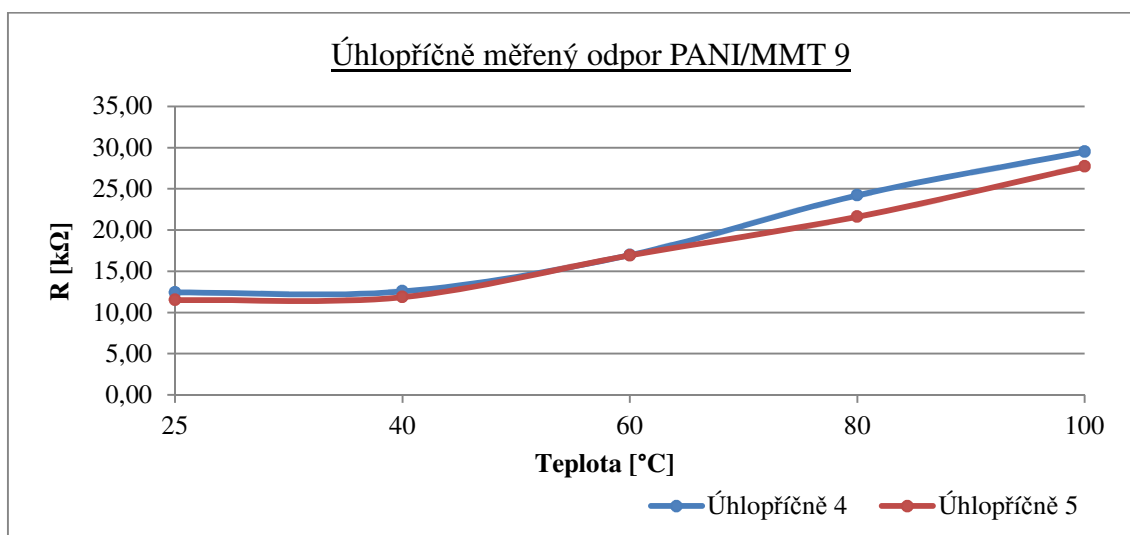
#### 4.1.5 Měření při zahřívání

Měření odporu při zahřívání vzorku probíhalo analogicky jako při chlazení. Rozsah teplot byl zvolen od teploty 25 °C po 100 °C.

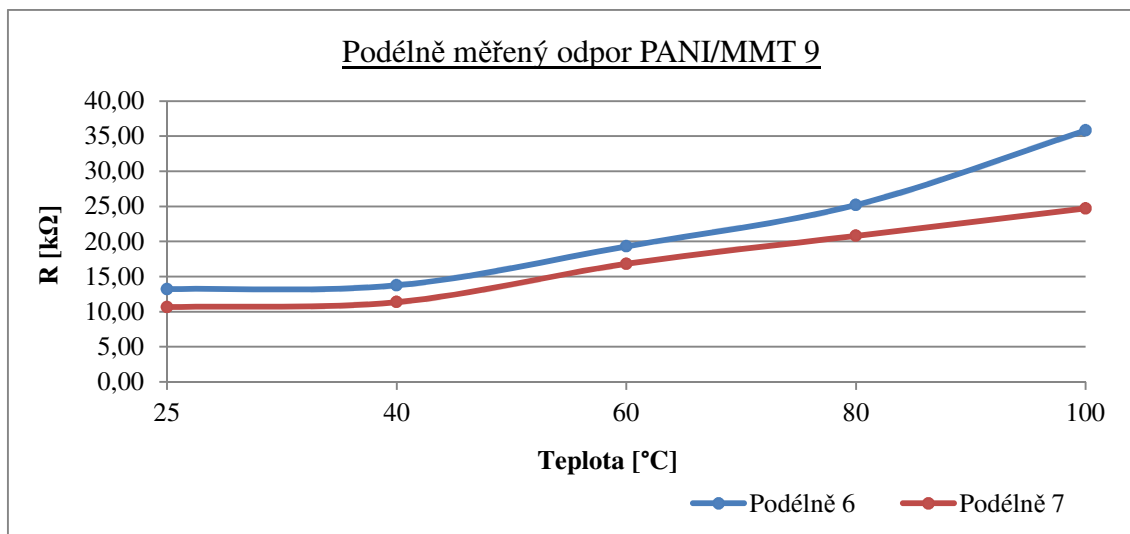
Pro příklad měření je zvolen vzorek PANI/MMT 9, kde je zobrazeno měření ve všech směrech (obr. 4.7, obr. 4.8, obr. 4.9).



Obrázek 4.7: Graf příčného měření odporu pro vzorek PANI/MMT 9 - zahřívání



Obrázek 4.8: Graf úhlopříčného měření odporu pro vzorek PANI/MMT 9 - zahřívání

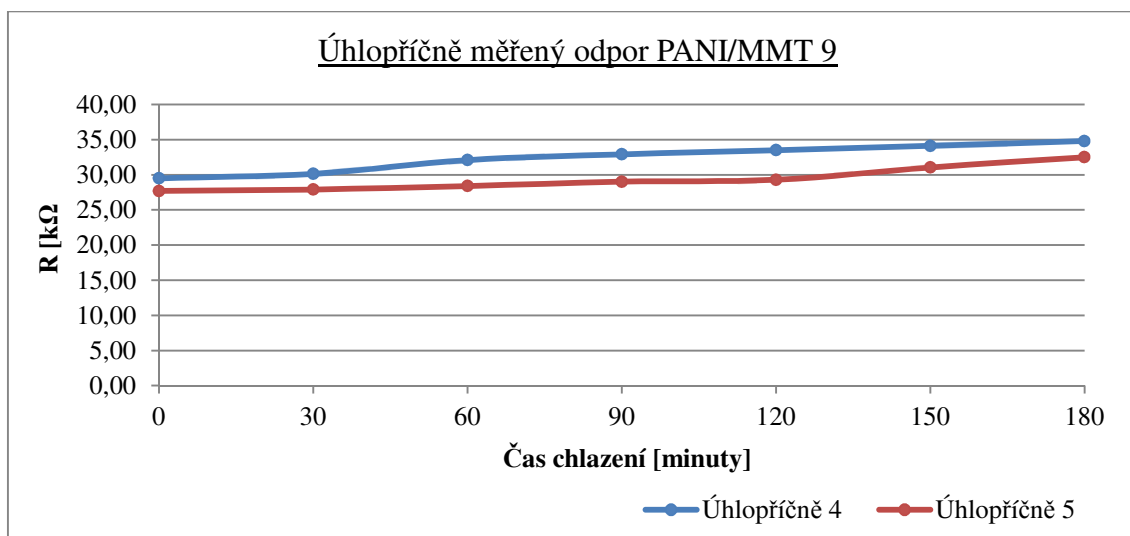


Obrázek 4.9: Graf podélného měření odporu pro vzorek PANI/MMT 9 - zahřívání

#### 4.1.6 Měření při zahřívání po dobu 180 minut

V předchozím měření byly vzorky PANI/MMT po dosažení maximální teploty rovnou vystaveny zátěži po dobu 180 minut.

Pro zobrazení výsledků byl vybrán vzorek PANI/MMT 9 (obr. 4.10).



Obrázek 4.10: Graf úhlopříčného měření odporu pro vzorek PANI/MMT 9 - zahřívání na 100 °C po dobu 180 minut

#### 4.1.7 Závěr měření

Při dlouhodobém měření elektrického proudu byly u vzorků pozorovány malé odchylky, které mohly být způsobeny chybou měření. Z dlouhodobého hlediska však byly hodnoty těchto vzorků stabilní.

V dalším měření při chlazení vzorků byly zpozorovány změny pouze v setinách kilo ohmů, tyto změny byly stoupajícího charakteru. Ovšem vzhledem k velikosti odporu je tento trend velmi nízký.

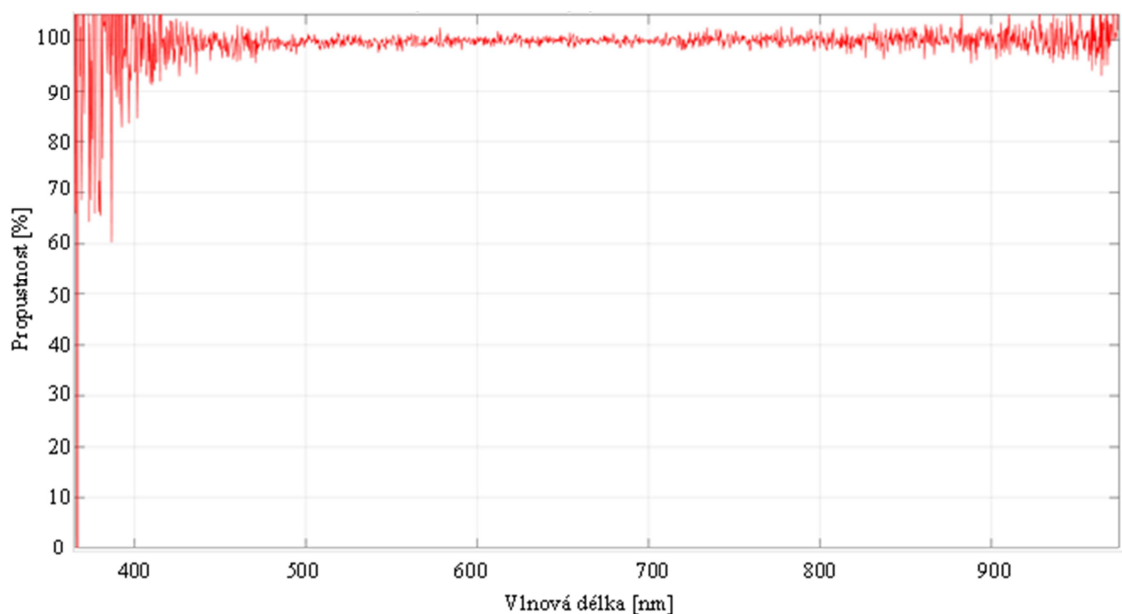
U posledního měření při zahřívání byly zřetelné změny velikosti měřeného odporu. Hodnoty odporu se zesilovaly se stoupající teplotou a také s delším působením vysoké teploty.

Celkový výsledek měření elektrického odporu udává, že vzorky s PANI/MMT filmem jsou jak z dlouhodobého hlediska, tak při chlazení naprosto stabilní, ale pouze při zahřívání se rapidně zvyšuje jejich elektrický odpor.

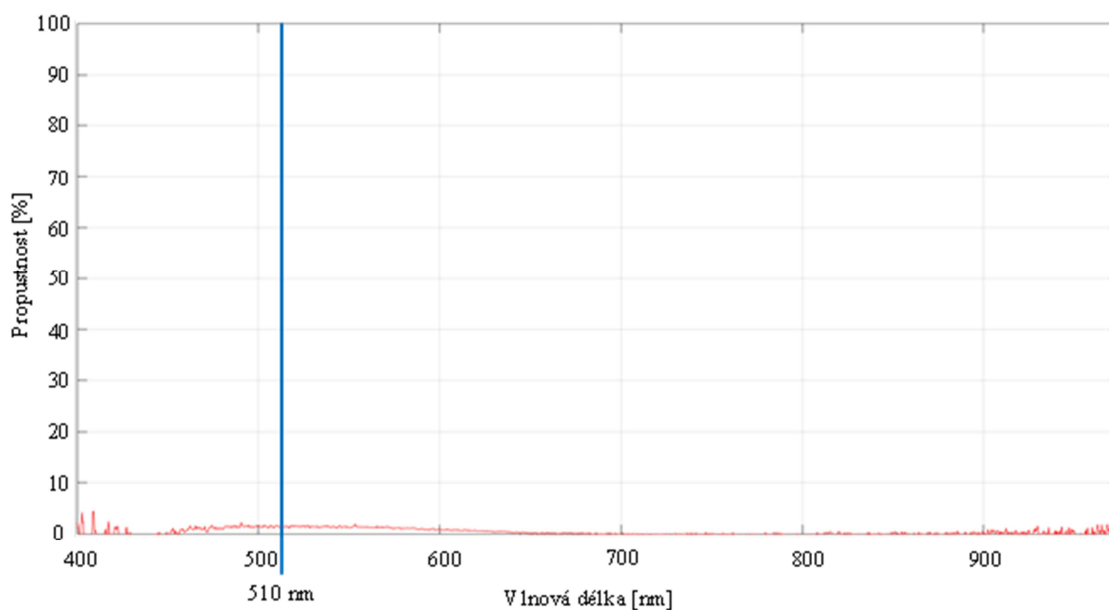
## 4.2 Propustnost světla

Při měření propustnosti světla bylo na první pohled patrné, že měřené vzorky PANI/MMT mají velice nízkou propustnost světla oproti PANI vzorkům. Nejprve bylo potřeba určit, pro kterou vlnovou délku bude zobrazena propustnost v grafu.

Na obrázku 4.11 je zobrazena propustnost světla bez vloženého vzorku a na obrázku 4.12 je s vloženým vzorkem PANI/MMT. Proto pro vyhodnocení dat byla v grafech propustnosti zvolená vlnová délka 510 nm, při této vlnové délce měly vzorky největší propust světla (obr 4.12).

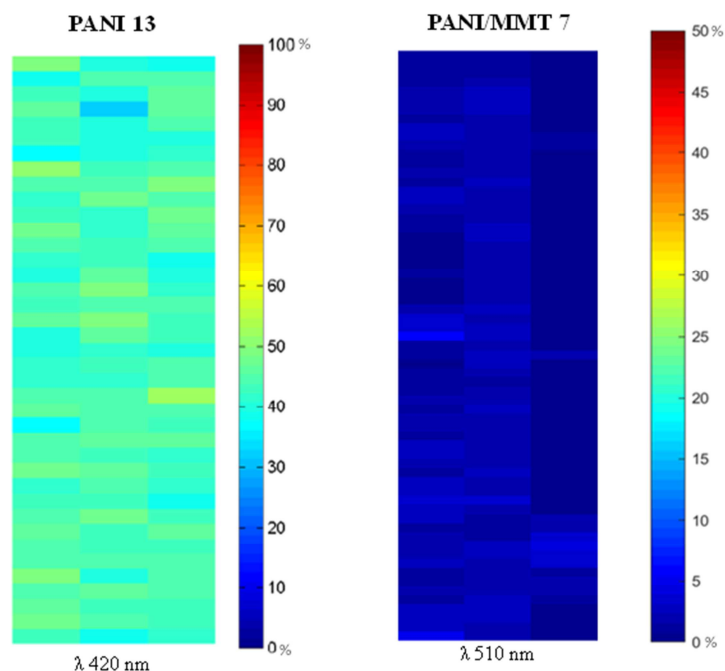


Obrázek 4.1: Propustnost světla bez vloženého vzorku



Obrázek 4.12: Propustnost světla s vloženým vzorkem PANI/MMT

Pro lepší přehlednost byl upraven rozsah propustnosti světla ve výsledném grafu na hodnoty 0 - 50 %. Porovnání propustnosti vzorků PANI a PANI/MMT je uveden na obrázku 4.13. Graf propustnosti vzorku PANI je použit z diplomové práce Š. Čambory.



Obrázek 4.13: Měření transmittance vzorků PANI a PANI/MMT

#### 4.2.1 Četnost měření

Měření hodnot propustnosti světla pro vzorky PANI/MMT probíhalo od poloviny ledna do poloviny dubna 2018. Do konce února byla měřena propustnost světla pomocí pracoviště sestaveného dle schématu z práce Š. Čambory. Následné měření probíhalo na přípravku pro regulaci teploty.

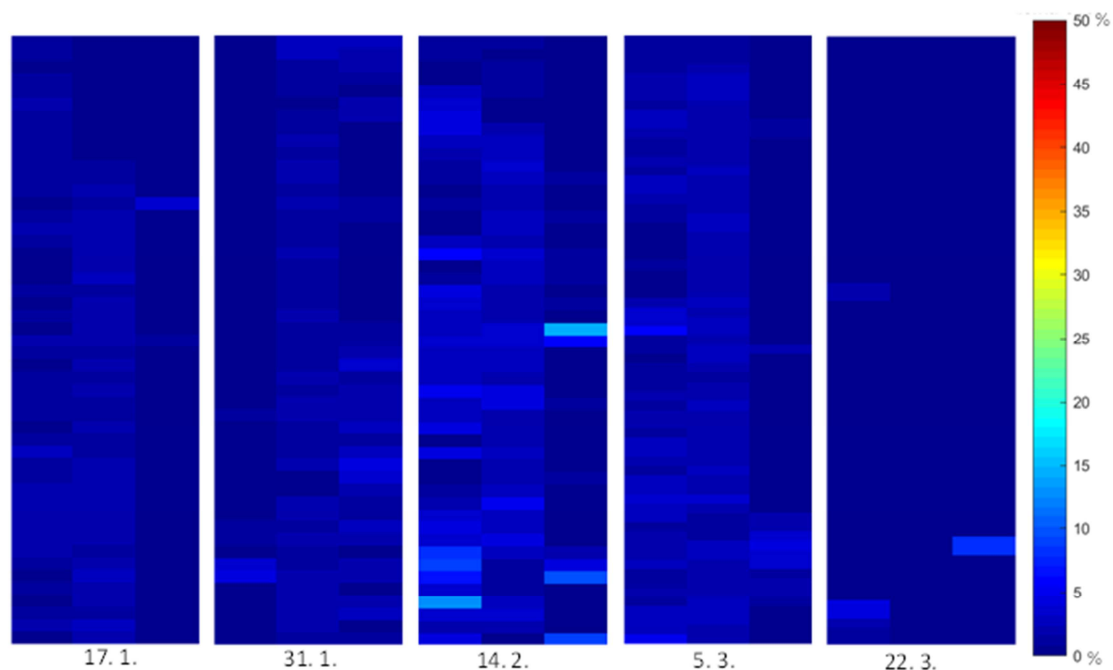
Pro vyhodnocení stability vzorku v rámci delšího časového období při pokojové teplotě bylo provedeno devět měření všech vzorků.

Při chlazení vzorků byly provedeny celkem čtyři série měření. Tříhodinové chladicí zátěži byly vystaveny dva vzorky.

Ohřívání vzorků bylo provedeno pouze jednou kvůli možné destrukci měřeného vzorku.

#### 4.2.2 Stabilita měření v čase

Pro zobrazení stability měření transmittance byl vybrán vzorek PANI/MMT 7, kde bylo vybráno pět výsledků měření (obr. 4.14).



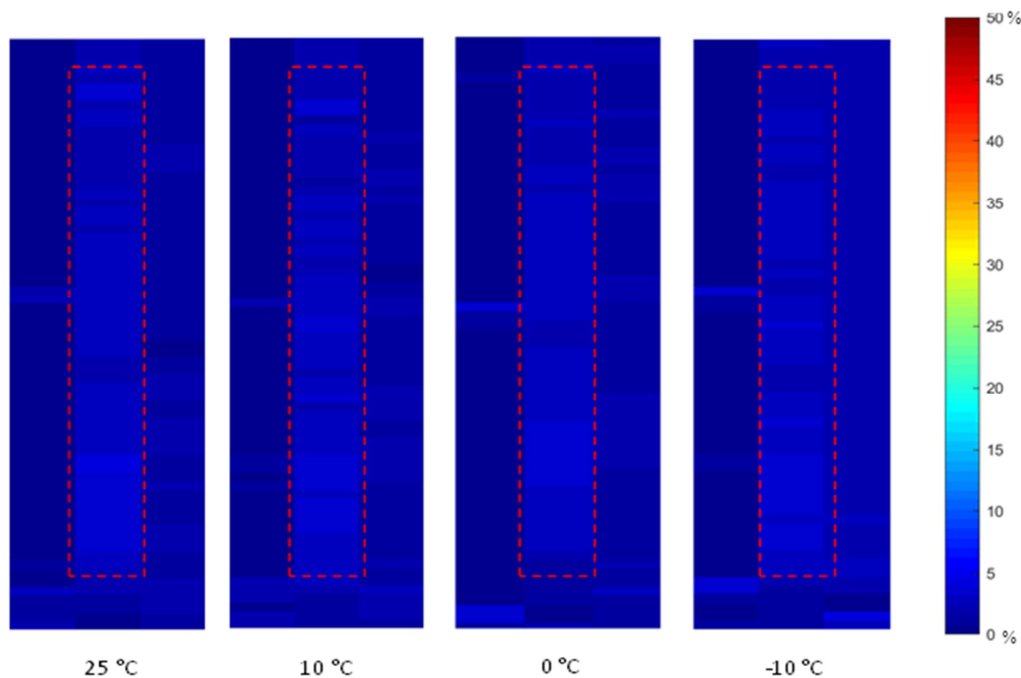
Obrázek 4.14: Měření transmittance vzorku PANI/MMT 7 v delším časovém období

#### 4.2.3 Měření při chlazení

Měření transmittance vzorků při chlazení bylo prováděno v rozsahu teplot od 25°C do -10 °C, při změně teploty bylo vyčkáváno pět minut kvůli přenosu tepla z chladicí komory na měřený vzorek.

Když byl měřený vzorek vystavován chlazení při nejnižší hodnotě, vznikala na stěnách chladicí komory malá námraza, která už ovlivnila měření na stranách vzorku. Proto byla v grafu zvýrazněna oblast, kde nevznikaly chybné hodnoty měření.

Pro příklad měření transmittance byl vybrán vzorek PANI/MMT 8 (obr. 4.15).



Obrázek 4.15: Měření transmittance PANI/MMT 8 pro 510 nm - chlazení

#### 4.2.4 Měření při chlazení po dobu 180 minut

V rámci měření transmittance byl měřený vzorek vystaven chlazení na nejnižší hodnotě po dobu 180 minut. Při takovém pokusu došlo k chybovému měření. Tyto chyby zapříčinila vzniklá námraza na chladicí komoře a na samotném vzorku (obr. 4.16). Výsledné hodnoty měření byly proto zkreslené a nedaly se použít pro vyhodnocení. Toto měření jsem opakoval na jiném vzorku, jestli se projeví stejné chyby. Námraza se zde však projevila v ještě větším množství, dokonce kvůli ní samotný vzorek nešel vysunout z chladicí komory a muselo se počkat, než se námraza rozpustí.



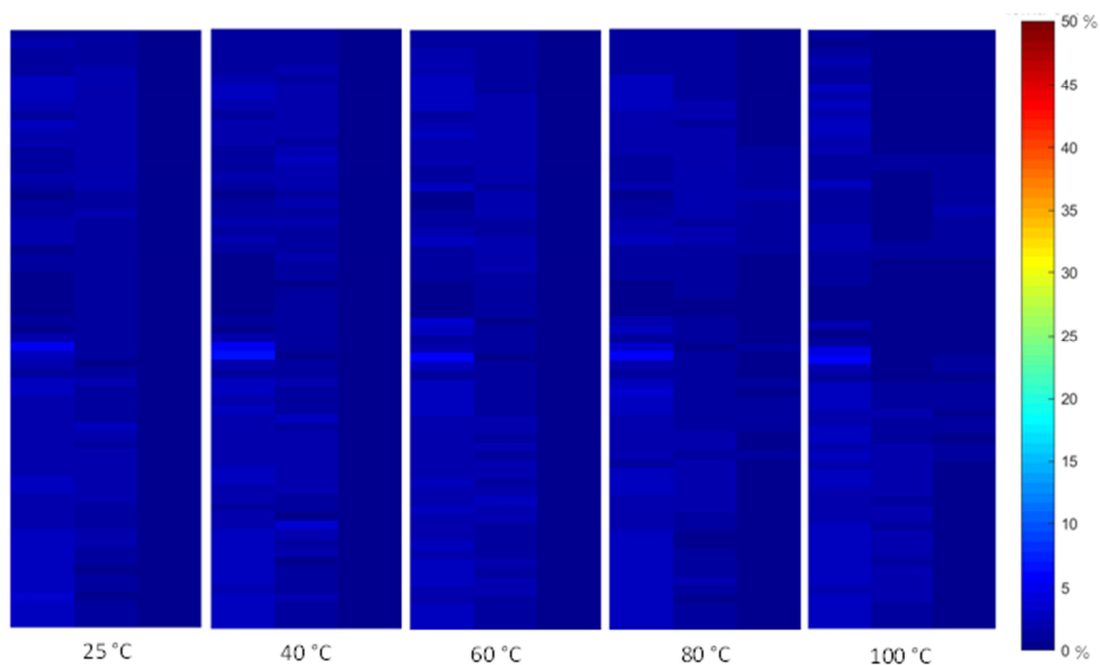


Obrázek 4.16: Vzniklá námraza na chladicí komoře po 30 minutách chlazení

#### 4.2.5 Měření při zahřívání

Měření propustnosti při zahřívání vzorků probíhala obdobně jako při chlazení, teplotní rozsah zde byl od 25 °C do 100 °C.

Pro příklad zde byl zvolen vzorek PANI/MMT 8 (obr. 4.17).



Obrázek 4.17: Měření transmittance PANI/MMT 8 pro 510 nm - zahřívání

#### 4.2.6 Závěr měření

Z dlouhodobého hlediska mělo měření propustnosti odchyly. V únoru se propustnost zvětšila a na konci března naopak rapidně klesla, až k nule. Tyto odchylky mohly být zapříčiněny změnami v měření bez přípravku, a poté s přípravkem pro regulaci teploty.

Propustnost světla při chlazení má velmi malou klesající tendenci, jejíž rozdílné hodnoty jsou skoro nepostřehnutelné. Při zahřívání vzorků propustnost světla také klesá, ovšem i zde jsou změny minimální.

Z celkového hlediska jsou měřené vzorky PANI/MMT velmi nepropustné. Měření se zde pohybuje na hranici minimálních hodnot, kde už do výsledků zasahuje samotná chybovost měření. Z mých naměřených hodnot vyplývá, že vzorky s filmem PANI/MMT byly stabilní a ke změnám zde docházelo v rámci desetin procenta.

### 4.3 Odrazivost světla

Měření odrazivosti světla na vzorcích PANI/MMT vykazovalo podobné vlastnosti jak při měření propustnosti. Tyto vzorky odrážely velice nízké množství světla.

Na začátku měření byl paprsek laseru nasměrován přímo na detektor a polarizační filtry otočeny na maximální přijímaný výkon, který vykazoval 300  $\mu\text{W}$ . Oproti tomu přijímaný odražený výkon od vzorků byl změřen v rozsahu 0,1 - 2,5  $\mu\text{W}$ .

Dále byly měřeny změny úhlů odrazivosti v polarizační rovině. Pro měřený bod ve vzorku bylo hledáno maximum v rozsahu  $360^\circ$  a zaznamenáno. V takovém rozsahu se nachází dvě maxima, umístěné vždy naproti sobě. Pro vykreslení do grafů jsem zvolil hodnoty blíže ke stejnému maximu, většinou z rozsahu  $90^\circ$  -  $270^\circ$ .

#### 4.3.1 Četnost měření

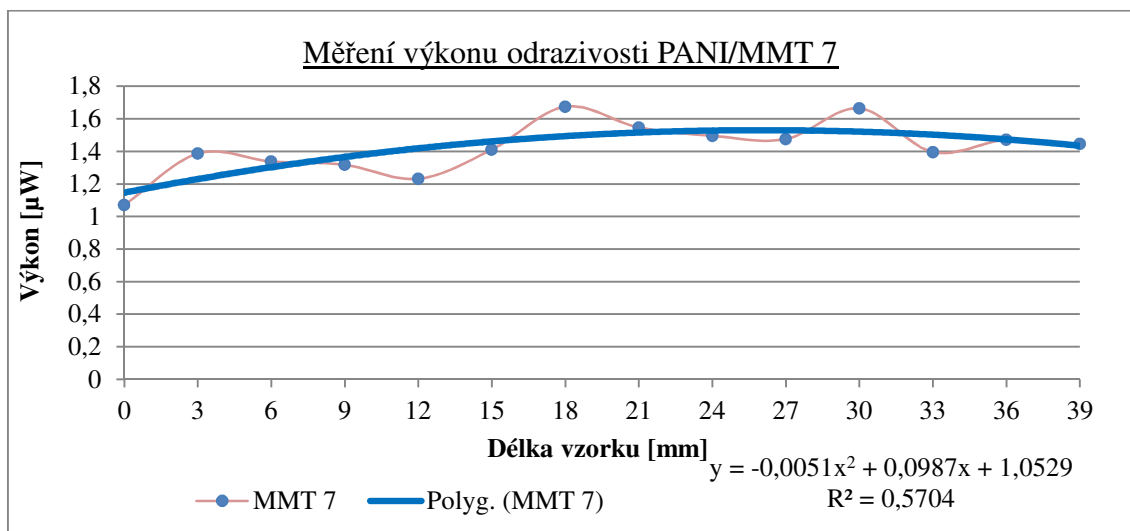
Při měření odrazivosti se vzorky nedaly chladit, ale pouze zahřívát.

Pro měření v delším časovém období byly změřeny všechny vzorky ve třech sériích, přičemž se měřilo od poloviny března do poloviny dubna.

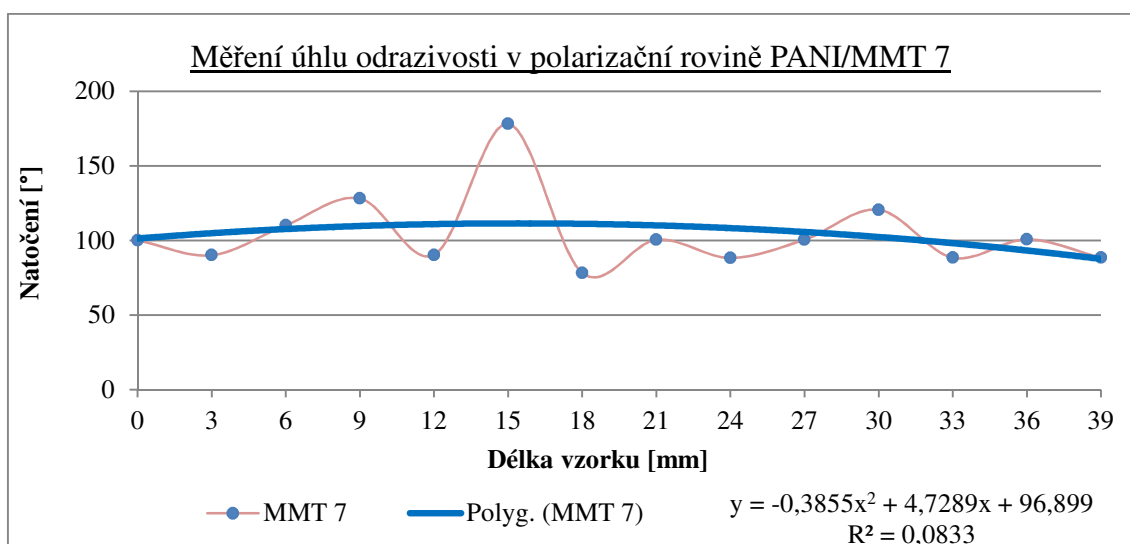
Měření při zahřívání vzorku probíhalo pouze na dvou kusech kvůli možnému zničení měřeného vzorku.

#### 4.3.2 Měření odrazivosti

Pro zobrazení měření odrazivosti byl vybrán vzorek PANI/MMT 7 (obr. 4.18, obr. 4.19).



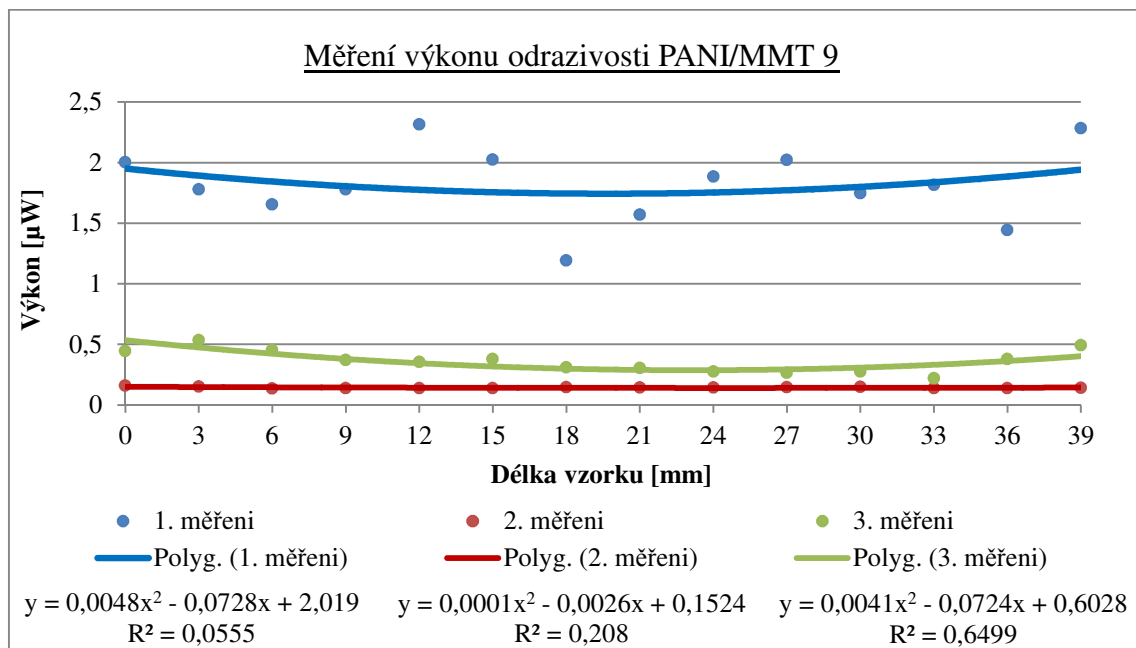
Obrázek 4.18: Měření výkonu odrazivosti pro vzorek PANI/MMT 7



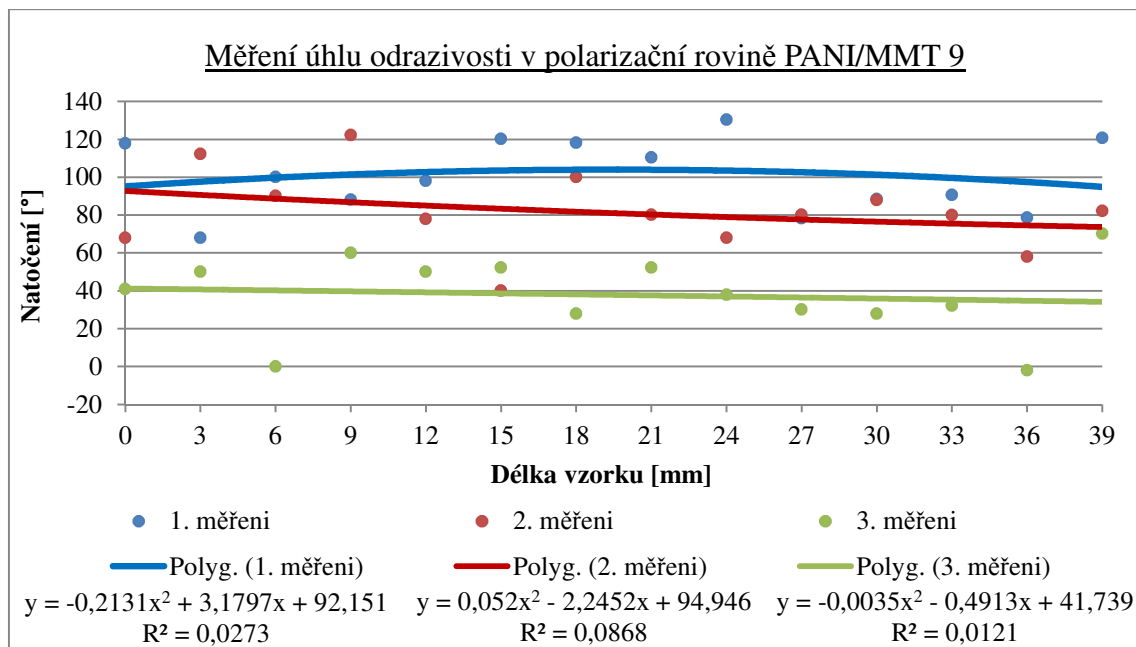
Obrázek 4.19: Měření úhlu odrazu v polarizační rovině pro vzorek PANI/MMT 7

### 4.3.3 Stabilita měření v čase

Pro zobrazení stability měření odrazivosti v delším časovém období byl vybrán vzorek PANI/MMT 9 (obr. 4.20, obr. 4.21)



Obrázek 4.20: Měření výkonu odrazivosti pro vzorek PANI/MMT 9 v delším časovém období

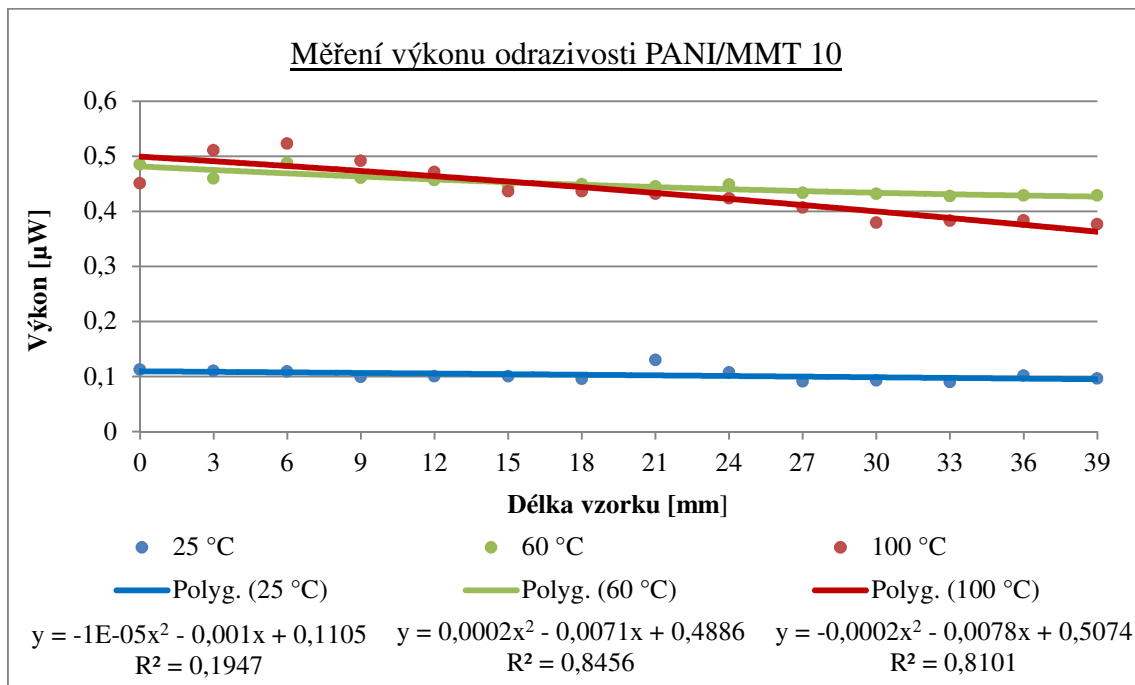


Obrázek 4.21: Měření úhlu odrazu v polarizační rovině pro vzorek PANI/MMT 9 v delším časovém období

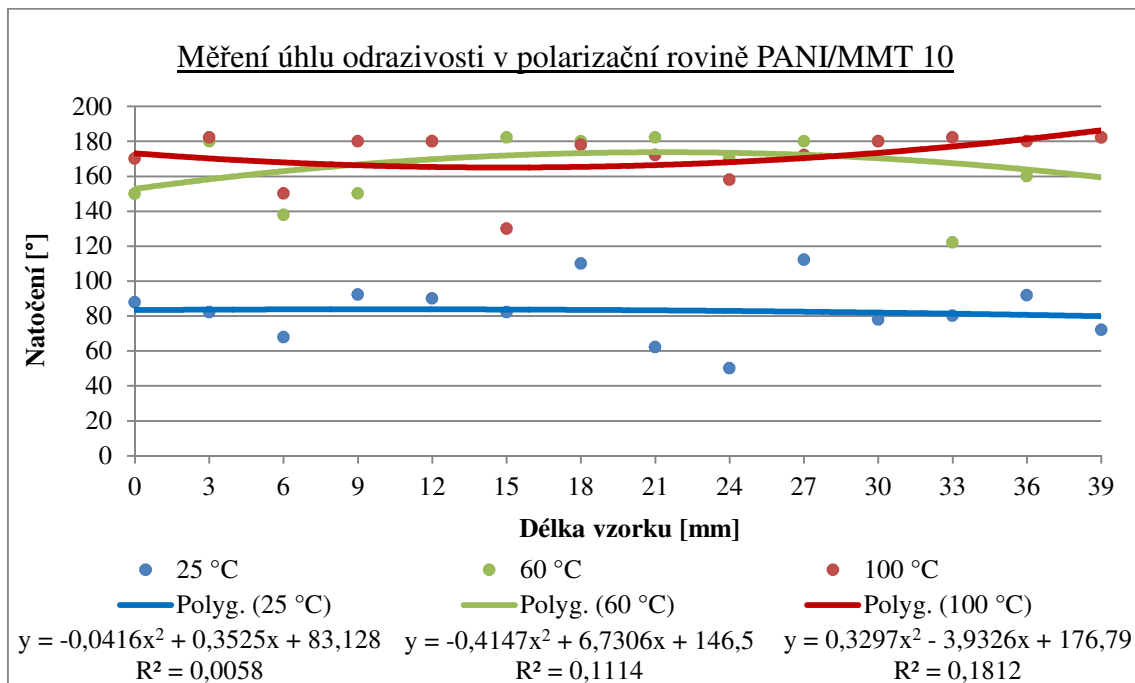
#### 4.3.4 Měření při zahřívání

Měřený vzorek byl nejprve vystaven zahřátí na 60 °C a poté na 100 °C.

Jako příklad je uveden vzorek PANI/MMT 10 (obr. 4.22, obr. 4.23)



Obrázek 4.22: Měření výkonu odrazivosti pro vzorek PANI/MMT 10



Obrázek 4.23: Měření úhlu odrazu v polarizační rovině pro vzorek PANI/MMT 10

#### 4.3.5 Závěr měření

Z výsledků měření odrazivosti vychází, že z hlediska výkonu jsou měřené vzorky po celé své délce stabilní. Na většině měření lze vidět velmi malé změny, od začátku vzorku po jeho konec. Tyto změny jsou v setinách mikro wattů a mají sestupnou tendenci.

Dále jsou zřetelné rozdíly, kdy v prvním měření byla průměrná hodnota přijímaného výkonu okolo  $1,8 \mu\text{W}$ . Následně v druhém a třetím měření byly průměrné hodnoty  $0,4 \mu\text{W}$ . Na tyto změny mohly mít vliv okolní podmínky v laboratoři, jako například zatemnělá místnost a absenci osvětlení. Ideální podmínky nemohly být vždy na 100% splněny kvůli souběžným výzkumům v prostorách laboratoře.

Ve výsledcích měřeného odrazného úhlu v polarizační rovině byly hodnoty velmi rozdílné, proto byla těmito hodnotami proložena spojnice trendu (polynom druhého stupně). Poté bylo patrné, že výsledky měření jsou stabilní a nemají významnou sestupnou nebo vzrůstající tendenci v rámci délky měřeného vzorku.

## Závěr

Cílem předkládané diplomové práce bylo změřit elektrické a optické vlastnosti nanokompozitu PANI/MMT. Tyto vlastnosti byly měřeny jak z dlouhodobého hlediska, tak při chlazení nebo zahřívání měřeného vzorku.

Pro měření vzorků při různé teplotě bylo nutné vyrobit speciální přípravek. Takovýto přípravek se mi podařilo navrhnout, zkonstruovat a zprovoznit. Teplota v zkonstruované komoře, kde byl vložen měřený vzorek, se dala plynule regulovat od  $-12\text{ }^{\circ}\text{C}$  do  $+100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , aniž by došlo k poškození přípravku a okolních zařízení. Pro budoucí měření na tomto přípravku by bylo vhodné zajistit výkonnější zdroj stejnosměrného napětí, čímž bude dosaženo ještě nižší teploty. Zlepšením by také byla automatická regulace teploty, které by mohlo být dosaženo pomocí PID regulátoru.

Naměřené hodnoty elektrického odporu se pohybovaly v rozsahu jednotek kilo ohmů. Změny těchto hodnot při měření stability v čase a chlazení byly minimální a pohybovaly se v setinách kilo ohmů. Oproti tomu při zahřívání vzorků docházelo k růstu elektrického odporu. V případě měření elektrického odporu nejsou do budoucna nutné žádné úpravy na měřícím pracovišti.

Při měření propustnosti světla byly konečné hodnoty velmi nízké a materiál PANI/MMT byl velmi nepropustný. Tyto hodnoty se pohybovaly v rozsahu  $0 - 10\%$  propustnosti světla. Pro budoucí měření by bylo dobré mít přesně vyrobené uchycení vysílače a přijímače, které by bylo v co nejbližší vzdálenosti od měřeného vzorku. Ke zlepšení rovněž dojde uzavřením chladicí komory před prouděním okolního vzduchu kvůli vzniku námrazy na stěnách chladicí komory a měřeného vzorku.

Poslední částí měření byla odrazivost světla. Vzorky PANI/MMT vykazovaly velmi nízkou odrazivost, která se pohybovala v rozsahu  $0,02 - 0,5\%$ . Tato měření neprobíhala na přípravku pro tepelnou regulaci, ale na pracovišti mimo něj. Pro jeho další měření by bylo vhodné navrhnout kompletně novou sestavu pro aplikaci na chladícím přípravku. Také by bylo vhodné mít toto pracoviště zakrytované, aby zde nepronikalo nežádoucí světlo. Výsledkem těchto úprav bude přesnější měření.

Výsledky mého měření ukazují, že nanokompozit PANI/MMT je velmi stabilní jak ve stárnutí v čase, tak i při chlazení. Naopak při zahřívání zde narůstá elektrický odpor, ovšem při měření propustnosti a odrazivosti světla je změna hodnot minimální. Z těchto získaných hodnot lze nanokompozit PANI/MMT předurčit například pro odstínění elektromagnetického záření mikroelektroniky.

Problematika měření nanokompozitu PANI/MMT by si jistě žádala další badatelský zájem a hlubší zpracování, které zde doposud nebylo provedeno. Mnou získané výsledky této práce budou dále použity v Centru nanotechnologií při VŠB - TU v Ostravě, kde se budou dále tímto výzkumem zabývat. Rovněž zkonstruované přípravky budou k dispozici na Fakultě elektrotechniky a informatiky pro další měření.

## Použitá literatura

- [1] BĚHÁLEK, Luboš. *Polymery*. Code Creator, s.r.o. Distribuce publi.cz, 2016. ISBN: 978-80-88058-68-7
- [2] DUCHÁČEK, Vratislav. *Polymery výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. 2. Vyd. Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, Praha 2006. ISBN 80-7080-617-6
- [3] PROKEŠ, Jan, STEJKAL, Jaroslav, OMASTOVÁ Mária. *Polyanilin a polypyrrol - dva představitelé vodivých polymerů*. Chem. Listy 95, 484-492 (2001)
- [4] Polyacetylene [online]. [cit. 2018-04-15]. Dostupné z: [https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Trans-\(CH\)n.svg](https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Trans-(CH)n.svg)
- [5] ČAMBORA, Štefan. *Studium vlastností PANI vrstev*. Ostrava, 2016. Diplomová práce. VŠB – Technická univerzita Ostrava.
- [6] KULHÁNKOVÁ Lenka, TOKARSKÝ Jonáš, MATĚJKA Vlastimil, PEIKERTOVÁ Pavlína, VALLOVÁ Silvie, MAMULOVÁ KUTLÁKOVÁ Kateřina, STÝSKALA Vítězslav, ČAPKOVÁ Pavla. *Electrically conductive and optically transparent polyaniline/montmorillonite nanocomposite thin films*. Journal Elsevier. Thin solid films 562 (2014) 319-325
- [7] Atlas minerálů - Montmorillonit [online]. [cit. 2018-04-15]. Dostupné z: <http://mineraly.sci.muni.cz/fylosilikaty/montmorillonit.html>
- [8] A to Z Listing of Minerals - Montmorillonit [online]. [cit. 2018-04-15]. Dostupné z: <http://www.webmineral.com/data/Montmorillonite.shtml#.UIZVBmLE6Ck>
- [9] SUDHA J. D., SIVAKALA S., PATEL Kamlesh, RADHAKRISHNAN NAIR P. *Development of electromagnetic shielding materials from the conductive blends of polystyrene polyaniline-clay nanocomposite*. Journal Elsevier, Composites Part A 41 (2010) 1647-1652
- [10] BEŠTA M., *Základy elektrotechniky* [online]. [cit. 2018-04-18]. Dostupné z: <http://www.mbest.cz/wp-content/uploads/2013/10/T2.3-Elektrick%C3%BD-odpor.pdf>
- [11] Spektrometrie, Masarykova univerzita [online]. [cit. 2016-04-18]. Dostupné z: [https://is.muni.cz/el/1411/jaro2008/VSBC041s/um/opticke\\_metody\\_-\\_podklady.pdf](https://is.muni.cz/el/1411/jaro2008/VSBC041s/um/opticke_metody_-_podklady.pdf)
- [12] Odrazivost, Západočeská univerzita v Plzni [online]. [cit. 2018-04-18]. Dostupné z: <https://ftp.zcu.cz/cz/laboratore/opticke-vlastnosti/opticke-vlastnosti/odrazivost>
- [13] Encyklopedie fyziky, Peltierův jev [online]. [cit. 2018-04-10]. Dostupné z: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/911-peltieruv-jev>
- [14] Automa, Regulace teploty pomocí Peltierových termoelektrických modulů [online]. [cit. 2018-04-10]. Dostupné z: [http://automa.cz/cz/casopis-clanky/regulace-teploty-pomoci-peltierovych-termoelektricky-modulu-2005\\_11\\_30765\\_720/](http://automa.cz/cz/casopis-clanky/regulace-teploty-pomoci-peltierovych-termoelektricky-modulu-2005_11_30765_720/)



- [15] Conrad, standardní Peltierovy články [online]. [cit. 2018-04-10] Dostupné z: <https://www.conrad.cz/peltieruv-clanek-hightech-15-5-v-8-5-a-72-w-quickcool-qc-127-1-4-8-5md.k189183>
- [16] Puhy, vícestupňový Peltierův článek [online]. [cit. 2018-04-10]. Dostupné z: <https://www.puhy.cz/vicestupnovy-peltieruv-clanek-tec3-127-71-31-06-14-6-v-5-a-18-1-w-47972.html>
- [17] GME, Peltierovy články - pro chlazení TEC [online]. [cit. 2018-04-10] Dostupné z: <https://www.gme.cz/peltieruv-clanek-tec1-12710-200-c-vigan>
- [18] Thorlabs, Catalog [online]. [cit. 2018-04-25] Dostupné z: [https://www.thorlabs.com/images/Catalog/imaging/0\\_Introduction.pdf](https://www.thorlabs.com/images/Catalog/imaging/0_Introduction.pdf)
- [19] Optixs, Výrobci Thorlabs [online]. [cit. 2018-04-25]. Dostupné z: <http://www.optixs.cz/vyrobci-54/thorlabs-91>
- [20] Vyvoj.hw.cz, 30 let historie Labview [online]. [cit 2018-04-25]. Dostupné z: <https://vyvoj.hw.cz/30-let-historie-labview.html>
- [21] BEN Technická literatura, Začínáme s Labview [online]. [cit. 2018-04-25] Dostupné z: <http://shop.ben.cz/cz/121299-zaciname-s-labview.aspx>
- [22] National Instruments, Labview [online]. [cit 2018-04-25]. Dostupné z: <http://czech.ni.com/labview>

## Seznam příloh

Příloha A:	Blokový diagram programu LabVIEW pro měření propustnosti.....	LXXX
Příloha B:	Blokový diagram programu LabVIEW pro měření odrazivosti.....	LXXXI

Součástí BP/DP je CD/DVD.

Adresářová struktura přiloženého CD/DVD:

Text diplomové práce ve formě PDF, soubor:

*Diplomová práce\DP-Dopita.pdf*

Naměřená data pro měření odporu, složky:

*Namerena data\Mereni odporu\Chlazení*

*Namerena data\Mereni odporu\Starnuti v čase*

*Namerena data\Mereni odporu\Zahrivani*

Zpracování grafů pro měření odporu, soubory:

*Namerena data\Mereni odporu\Mereni odporu - 3h.xlsx*

*Namerena data\Mereni odporu\Mereni odporu - dlouhodobě.xlsx*

*Namerena data\Mereni odporu\Mereni odporu - chlazení.xlsx*

*Namerena data\Mereni odporu\Mereni odporu - zahrivani.xlsx*

Naměřená data pro měření odrazivosti, složky:

*Namerena data\Mereni odrazivosti\1 mereni*

*Namerena data\Mereni odrazivosti\1 mereni*

*Namerena data\Mereni odrazivosti\2 mereni*

*Namerena data\Mereni odrazivosti\3 mereni*

*Namerena data\Mereni odrazivosti\Zahrivani*

Zpracování grafů pro měření odrazivosti, soubory:

*Namerena data\Mereni odrazivosti\Mereni odrazivosti - zahrivani.xlsx*

*Namerena data\Mereni odrazivosti\Mereni odrazivosti.xlsx*

Naměřená data pro měření propustnosti, složky:

*Namerena data\Mereni propustnosti\3-hod zatez*

*Namerena data\Mereni propustnosti\Chlazení*

*Namerena data\Mereni propustnosti\Pokojova teplota*

*Namerena data\Mereni propustnosti\Zahrivani*

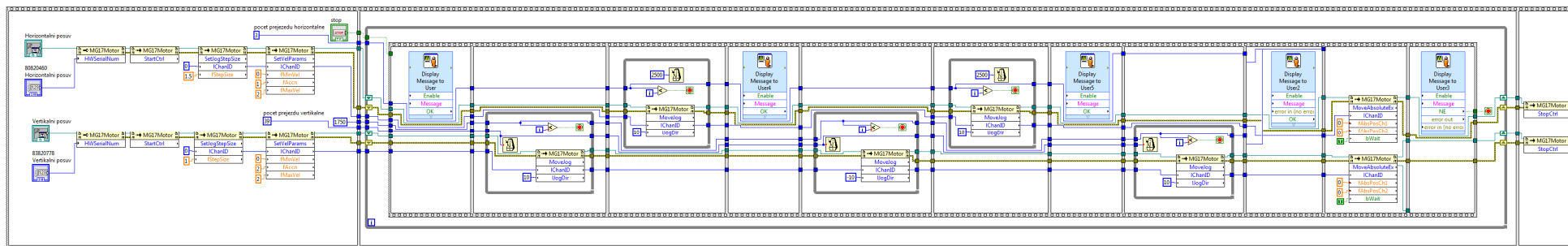
Programy pro tvorbu grafů propustnosti, MATLAB:

*Programy\MATLAB*

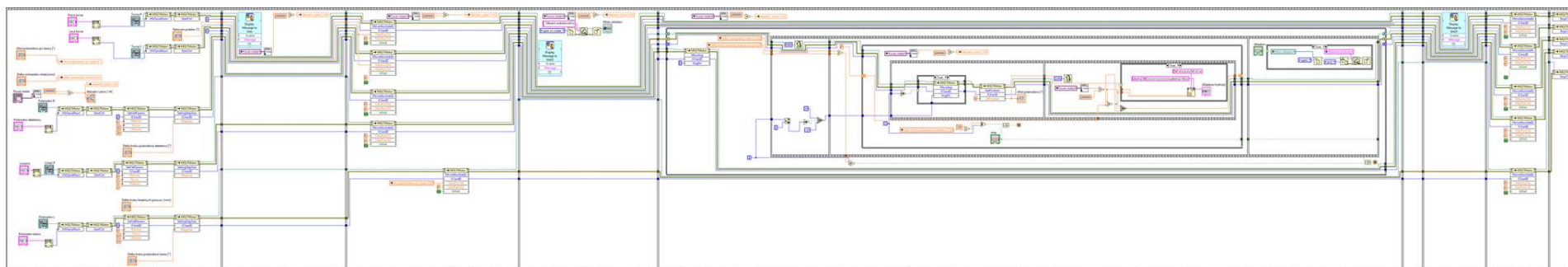
Program pro ovládání měření, LabVIEW:

*Programy\LabVIEW*

Příloha A: *Blokový diagram programu LabVIEW pro měření propustnosti*



Příloha B: *Blokový diagram programu LabVIEW pro měření odrazivosti*



---